



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE ANANINDEUA
FACULDADE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

JENNIFFER CRISTINA PENA DOS SANTOS

**ANÁLISE DO USO DE RESÍDUO DE CAULIM INTERCALADO COM ACETATO
DE POTÁSSIO EM COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA**

Ananindeua, PA

2024

JENNIFFER CRISTINA PENA DOS SANTOS

**ANÁLISE DO USO DE RESÍDUO DE CAULIM INTERCALADO COM ACETATO
DE POTÁSSIO EM COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado a Faculdade de Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Pará, Campus Ananindeua, como requisito para obtenção do grau de Bacharela em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Edemarino Araújo Hildebrando.
Coorientador: Prof. Dr. Deibson Silva da Costa.

Ananindeua, PA

2024

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)**

S237a Santos, Jenniffer Cristina Pena dos.
ANÁLISE DO USO DE RESÍDUO DE CAULIM
INTERCALADO COM ACETATO DE POTÁSSIO EM
COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA / Jenniffer Cristina
Pena dos Santos. — 2024.
57 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Edemarino Araújo Hildebrando
Coorientador(a): Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade
Federal do Pará, Campus Universitário de Ananindeua, Curso de
Engenharia de Materiais, Ananindeua, 2024.

1. Caulim. 2. Ensaio físico. 3. Ensaio de tração. 4.
Intercalação. 5. Termogravimetria. I. Título.

CDD 620.11

JENNIFFER CRISTINA PENA DOS SANTOS

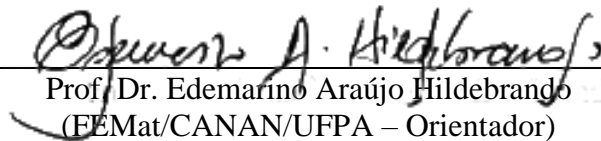
**ANÁLISE DO USO DE RESÍDUO DE CAULIM INTERCALADO COM ACETATO
DE POTÁSSIO EM COMPÓSITO DE MATRIZ POLIMÉRICA**


Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Faculdade de Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Pará, como requisito para obtenção do grau de Bacharela em Engenharia de Materiais.


Data de aprovação: 11/06/2014


Conceito: EXCELENTE

BANCA EXAMINADORA


Prof. Dr. Edemarino Araújo Hildebrando
(FEMat/CANAN/UFPA – Orientador)


Prof. Dr. Deibson Silva da Costa
(FEMat/CANAN/UFPA – Coorientador)


Prof. Dr. Marcos Vinicius da Silva Paula
(FEMat/CANAN/UFPA – Avaliador Interno)


Prof. Dr. Emerson Cardoso Rodrigues
(FEQ/ITEC/UFPA – Avaliador Externo)

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus pela vida e por cada oportunidade, por me manter em pé e com força para chegar até aqui, mesmo diante das dificuldades.

Agradeço aos meus pais, Augusto Santos e Cristina Santos, por todo amor e apoio recebidos ao longo dos anos. Tudo o que conquistei, tudo o que me tornei e me torno a cada dia é fruto do esforço e dedicação de vocês à nossa família. Aos meus irmãos, Aderson Santos e Anderson Santos, que sempre torcem por mim.

À Ravena, que foi e é meu apoio emocional em diversos momentos.

À Helena Aleixo, que tem sido a melhor amiga que eu poderia ter e, apesar da distância, se mantém presente na minha vida.

Aos amigos do LAFOC que estiveram ao meu lado desde o início da graduação, incentivando e construindo momentos especiais com grandes conversas. Michele Santos, Rochelle Matos, Luiz Guilherme Viana, Maria Eduarda Bria, João Gabriel Ferreira, Andreza Dias e Andrio Pinheiro, vocês fizeram esses anos serem menos pesados.

À Elayne Siqueira, por cada dia e momento, e por me fazer feliz.

Aos amigos que fiz neste último ano, em especial ao Manoel Monteiro, obrigada pelas conversas e momentos de diversão, e à Nathalia Nogueira, por ser uma chefe incrível e acreditar em mim.

Ao Prof. Dr. Edemarino Araujo Hildebrando, que, desde o primeiro momento em que aceitou ser meu orientador, me ofereceu apoio, instrução e incentivo para que este trabalho fosse realizado. Ao Prof. Dr. Deibson Silva da Costa, pela coorientação e disponibilidade em me ajudar a desenvolver este trabalho.

À Faculdade de Engenharia de Materiais, por todo conhecimento transmitido através do corpo docente. Ao Campus Universitário de Ananindeua e à Universidade Federal do Pará, pelo suporte e contribuição para me tornar uma profissional melhor.

RESUMO

Devido ao aumento no volume de resíduos industriais, busca-se por novas alternativas, como o reaproveitamento desse material para a produção de novas tecnologias através de materiais compósitos. O presente estudo tem como objetivo a realização da modificação química do resíduo de caulim visando sua aplicação como carga mineral de reforço na produção de materiais compósitos de matriz poliéster. O resíduo *in natura* e o resíduo tratado foram caracterizados através da técnica de difratometria de raios X e da análise térmica, para verificar sua composição mineralógica, e foi realizada a técnica de picnometria para determinar a massa específica do resíduo tratado. Posteriormente, uma solução estequiometricamente elaborada de resíduo *in natura*, acetato de potássio e água destilada foi agitada por 8 horas em temperatura ambiente. Após 24 horas, o material foi filtrado e colocado em estufa à 60 °C por 6 horas. As placas dos compósitos foram confeccionadas pelo método *hand lay-up* associado à compressão, e os valores de frações mássicas foram de 0% (Resina Plena – RP), 10% (Resíduo de Caulim Tratado 10 – RCT-10) e 20% (Resíduo de Caulim Tratado 20 – RCT-20). Posteriormente aos ensaios, foi constatado que a incorporação de carga mineral tratada quimicamente resultou em mudanças estatisticamente satisfatórias em suas propriedades físicas (absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente) e atribuiu características relevantes devido resistência a propagação de chama, principalmente para RCT-10, embora os resultados de Limite de Resistência à Tração (LRT) registraram uma certa diminuição em relação a resina plena. Pode-se dizer que a pesquisa alcançou resultados satisfatórios, conforme demonstrado na literatura, além da considerável importância do reaproveitamento de resíduos para contribuir na diminuição de impactos ambientais.

Palavras-chave: Caulim; Ensaio físico; Ensaio de tração; Intercalação; Termogravimetria.

ABSTRACT

Due to the increase in industrial waste volume, new alternatives are being sought, such as reusing this material to produce new technologies through composite materials. This study aims to chemically modify kaolin residue for its application as a reinforcing mineral filler in polyester matrix composite production. The untreated and treated residues were characterized using X-ray diffraction and thermal analysis to verify their mineralogical composition, and pycnometry was performed to determine the specific mass of the treated residue. Subsequently, a stoichiometrically prepared solution of untreated residue, potassium acetate, and distilled water was agitated for 8 hours at room temperature. After 24 hours, the material was filtered and placed in an oven at 60 °C for 6 hours. The composite plates were fabricated using the hand lay-up method combined with compression, and the mass fractions used were 0% (Pure Resin – RP), 10% (Treated Kaolin Residue 10 – RCT-10), and 20% (Treated Kaolin Residue 20 – RCT-20). After testing, it was found that the incorporation of chemically treated mineral filler resulted in statistically significant changes in physical properties (water absorption, apparent porosity, and apparent specific mass) and imparted relevant characteristics such as flame propagation resistance, particularly for RCT-10. However, the tensile strength limit (TSL) results showed a slight decrease compared to pure resin. It can be said that the research achieved satisfactory results, as demonstrated in the literature, in addition to the considerable importance of waste reuse to help reduce environmental impacts.

Keywords: Kaolin; Physical testing; Tensile testing; Intercalation; Thermogravimetry.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema de classificação da fase dispersa dos compósitos	18
Figura 2 - Esquema da reação de polimerização	20
Figura 3 - Reserva de Caulim em Ipixuna - PA	21
Figura 4 - Representação esquemática da estrutura da caulinita (1:1)	22
Figura 5 - Resíduo de caulim.....	27
Figura 6 - Equipamentos utilizados: (a) balança analítica, (b) estufa, (c) máquina de corte, (d) suporte universal, funil e Becker, (e) peneira (f) molde metálico	28
Figura 7 - Processo de intercalação: a) Fluxograma do processo e b) Solução durante o processo	29
Figura 8 - Difratorômetro de Raios X.....	30
Figura 9 - Fluxograma da confecção das placas de compósitos.....	31
Figura 10 - CP para ensaio físico: a) CP's pronto para ensaio físico e b) Dimensões	33
Figura 11 - Ensaio de tração: a) Máquina universal de ensaios e b) Dimensões dos CP's	34
Figura 12 - Ensaio de flamabilidade: a) Corpos de prova com marcações e b) Dimensões	35
Figura 13 - Fases do ensaio de flamabilidade: a) Início e b) Fim	36
Figura 14 - Difratoograma do resíduo de caulim in natura	37
Figura 15 - Difratoograma do resíduo de caulim tratado	38
Figura 16 - Comparação entre os difratogramas de RC e RCT.....	39
Figura 17 - Análise termogravimétrica TGA e DTG do RC in natura	40
Figura 18 - Análise termogravimétrica TGA e DTG do RCT.....	41
Figura 19 - Resultados dos testes de Absorção de Água (AA) e Porosidade Aparente (PA) ..	42
Figura 20 - Resultado do teste de Massa Especifica Aparente	43
Figura 21 - Comparativo do LRT e suas proporções de resíduo de caulim	45
Figura 22 - Comparativo da flamabilidade das amostras	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Espaçamento basal da caulinita.....	24
Tabela 2 - Ficha técnica de propriedades da resina.....	27
Tabela 3 - Proporções dos componentes na produção dos compósitos.....	32
Tabela 4 - Índice de reação e distância lamelar do RC e do RCT intercalada com KAc.....	39
Tabela 5 - Resultados dos ensaios físicos.....	42
Tabela 6 - Resultados do ensaio de tração.....	44
Tabela 7 - Comparação entre a literatura do limite de resistência à tração de compósitos poliméricos com resíduo de caulim.....	45
Tabela 8 - Resultados do teste de resistência à chama.....	46
Tabela 9 - Comparativo entre parâmetro exigidos e resultados obtidos.....	47

LISTA DE ABREVIACOES E SMBOLOS

Å	Angstrm
AA	Absoro de gua
ANM	Agncia Nacional de Minerao
ANOVA	Anlise de varincia
ASTM	American Society for Testing Materials
C	Caulinita
CIF	Ficha cristalogrfica
CONTRAN	Conselho Nacional de Trnsito
CT	Caulinita tratada
DNPM	Departamento Nacional de Produo Mineral
DRX	Difrao de raios X
DTG	Termogravimetria derivativa
E	Mdulo de elasticidade
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva
FTIR	Infravermelho por transformada de Fourier
HB	Horizontal burning
ICSD	Inorganic Crystal Structure Database
IR	ndice de reao
KAc	Acetato de potssio
LABCAT	Laboratrio de Catlise e Biocatlise
LABCER	Laboratrio de Preparo de Matrias-Primas e Tecnologia Cermica
LABCMAT	Laboratrio de Caracterizao de Materiais
LAMPS	Laboratrio de Materiais Porosos e Sintetizados
LRT	Limite de Resistncia  Trao
MEA	Massa Especfica Aparente
MEV	Microscopia Eletrnica por Varredura
Mi	Massa imersa
Ms	Massa seca
Mu	Massa mida
PA	Porosidade Aparente
RC	Resduo de Caulim
RCT	Resduo de Caulim Tratado

RCT-10	Resíduo de Caulim Tratado 10%
RCT-20	Resíduo de Caulim Tratado 20%
RP	Resina Plena
TGA	Análise termogravimetria
UFPA	Universidade Federal do Pará
UNIFESSPA	Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará
USIMAT	Usina de Materiais

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
1.1 JUSTIFICATIVA	14
1.2 OBJETIVOS.....	15
1.2.1 Objetivo geral	15
1.2.2 Objetivos específicos.....	15
1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO.....	15
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
2.1 MATERIAIS COMPÓSITOS	17
2.1.1 Matriz Polimérica	18
2.1.2 Resina Poliéster	19
2.2 CARGAS EM COMPÓSITOS.....	20
2.2.1 Caulim	20
2.2.2 Caulinita.....	22
2.3 CAULIM TRATADO QUIMICAMENTE.....	23
2.4 COMPÓSITOS PRODUZIDOS COM CARGA MINERAL	25
3 MATERIAIS E MÉTODOS	27
3.1 MATERIAIS	27
3.1.1 Matriz Polimérica	27
3.1.2 Resíduo de Caulim.....	27
3.2 EQUIPAMENTOS UTILIZADOS.....	28
3.3 MÉTODOS	29
3.3.1 Tratamento Químico do Caulim com Acetato de Potássio.....	29
3.3.2 Difração de Raios X (DRX)	29
3.3.2.1 Índice de Reação (IR).....	30
3.3.3 Análise Termogravimétrica (TGA)	31
3.3.4 Confeção dos Compósitos	31
3.3.5 Determinação da Massa Específica do Resíduo Tratado.....	32
3.3.6 Ensaios Físicos	33
3.3.7 Ensaio de Tração	34
3.3.8 Ensaio de Flamabilidade.....	35
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	37
4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)	37
4.1.1 Cálculo do Índice de Reação	38

4.2 ENSAIO DE ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA.....	40
4.3 ENSAIOS FÍSICOS	41
4.4 ENSAIO DE TRAÇÃO	44
4.5 ENSAIO DE FLAMABILIDADE.....	46
5 CONCLUSÃO.....	49
5.1 SUGESTÃO DE TRABALHO FUTURO	49
REFERÊNCIAS.....	51

1 INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, a engenharia tem feito muitos avanços nos estudos das ciências dos materiais quando o quesito é reaproveitamento e criação de materiais para beneficiar setores da sociedade. O desenvolvimento crescente neste segmento relaciona a importância dos materiais (Brito, 2019), assim como é visto o interesse de pesquisadores na área de materiais compósitos devido ao fato de possuírem alto desempenho sendo mais resistentes e leves, e as combinações de propriedades não encontradas em materiais cerâmicos, metálicos ou poliméricos convencionais (Tavares, 2021).

Os compósitos são formulados a partir da mistura de outros materiais, possuem uma fase denominada matriz, que é contínua e envolve a outra fase, que é denominada dispersa. A fase dispersa gera influência direta nas propriedades conforme alguns aspectos, como geometria, distribuição, orientação e compatibilidade interfacial, por isso é necessária uma afinidade entre os materiais constituintes do compósito, além do conhecimento das propriedades químicas e físicas das partes (Nunes, 2023).

O crescimento industrial e populacional tem gerado aumento de resíduos, que por muitas vezes não são tratados de forma correta trazendo consequências ao meio ambiente. Os resíduos descartados tem sido objeto de estudo com intuito de encontrar finalidade útil para tais (Giordano *et al*, 2022). Os resíduos estão atuando como carga nos materiais compósitos, desse modo são alternativas viáveis na fabricação como parte do volume do polímero a ser substituído por esse material de baixo custo (Tavares, 2021).

Compósitos com resíduos em sua composição têm sido utilizados em larga escala, em busca da minimização dos efeitos nocivos da exposição desses resíduos na natureza (Dantas, 2017). Estudos de incorporação de argilas em matrizes poliméricas começaram a ser desenvolvidas a partir da década de 80, pois o grupo Toyota realizou pesquisas de nanocompósitos polímero/argila com estrutura intercalada (Costa Junior, 2023).

Caulim é o nome comercial de um tipo de argila branca, constituído principalmente por caulinita, possui granulometria fina e normalmente tem baixo teor de ferro. Abrange aplicações industriais como pigmento, carga e cobertura (papel), matéria prima para indústria cerâmica, entre outros. Por ser aplicável em vários setores, o caulim passa por muitos processos de beneficiamento com intuito de facilitar o aumento de propriedades como alvura, opacidade, pureza, etc (Silva, 2023; Falcão, 2004).

Durante o processo de beneficiamento do caulim, surgem dois tipos de resíduos. O primeiro resíduo é principalmente composto por quartzo, proveniente da fase de desareamento, representando por cerca de 10%. O segundo tipo de resíduo, resultante das etapas de

centrifugação, separação magnética, branqueamento e filtração, constitui aproximadamente 26% da produção bruta. Embora não seja tóxico, o segundo resíduo apresenta um desafio principalmente financeiro, pois é armazenado em grandes lagoas de sedimentação, ocasionando problemas ambientais (Barata, 2008).

Desta maneira, o presente estudo tem como objetivo realizar o tratamento químico de rejeitos caulínicos com o intuito de utilizá-los como cargas minerais reforçadoras na fabricação de materiais compósitos de matriz poliéster, visando avaliar suas propriedades físicas, mecânica e térmicas.

1.1 Justificativa

Um dos maiores problemas no setor mineral, apesar de sua grande importância econômica em diversas regiões, é a produção de rejeitos derivados da atividade, causando, assim, preocupação para empresas e órgãos ambientais. A resolução ou minimização desses problemas requer uma melhoria na produção, visando gerar a quantidade mínima possível de resíduos. O Brasil destaca-se globalmente na produção mineral, sendo um dos principais produtores de caulim. No contexto nacional, o estado do Pará se destaca, especialmente devido às suas extensas reservas de caulim nos rios Jari e Capim. Contudo, as etapas de extração e beneficiamento desse minério para atender à indústria de papel resultam em quantidades significativas de resíduos (Lemos, 2020; Barata, 2012).

Há dois tipos de rejeitos ao longo do processo de beneficiamento do caulim. O primeiro, composto principalmente por quartzo, representa cerca de 10% do total e é proveniente da etapa de desareamento. O segundo tipo representa aproximadamente 26% da produção bruta, e é gerado nas fases de centrifugação, separação magnética, branqueamento e filtração (Barata, 2008). Armazenado em grandes lagoas de sedimentação, este tipo de resíduo, composto principalmente por caulinita, possui granulometria inadequada para a produção de papel. Entretanto, apresenta potencial para ser empregado em diversos processos industriais que utilizam argilas como insumos (Hildebrando, 2012).

Nos últimos anos, as argilas têm ganhado destaque como matérias-primas versáteis, encontrando aplicação em diversas áreas, desde a cerâmica tradicional até a nanotecnologia moderna (Zhou, 2010). Os compósitos de polímeros com adição de argilas têm sido amplamente estudados devido às melhorias observadas em algumas propriedades. A inclusão de uma baixa concentração de carga mineral, em comparação com o polímero puro, resulta em benefícios, especialmente porque as argilas possuem uma estrutura lamelar com espessura na ordem de poucos nanômetros. A eficácia do reforço em materiais compósitos é inicialmente

atribuída à grande área superficial por unidade de volume dessas partículas (Souza Santos, 1989; Anadão, 2011; Hildebrando, 2014).

Nesse contexto, este trabalho tem como objetivo conduzir um estudo sobre a modificação química de resíduos caulínicos, amplamente presentes na região Amazônica. A intenção é explorar sua aplicação como cargas minerais de reforço na confecção de materiais compósitos.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo geral

Avaliar a incorporação de resíduo de caulim tratado quimicamente em matriz polimérica visando a produção de materiais compósitos e analisando suas propriedades físicas, tração e térmicas.

1.2.2 Objetivos específicos

- Preparar a modificação química de resíduo caulínico com acetato de potássio;
- Produzir materiais compósitos com cargas caulínicas tratadas quimicamente;
- Avaliar os compósitos obtidos quanto as suas principais propriedades físicas, tração e térmicas;
- Transformar um material de baixo custo e abundante, considerado rejeito, em um produto de maior valor agregado.

1.3 Estrutura do trabalho

A primeira seção exibe uma breve introdução sobre o tema a ser tratado, uma justificativa para a realização deste trabalho e o objetivo geral juntamente aos objetivos específicos.

A segunda seção exibe uma revisão bibliográfica sobre o tema estudado, envolvendo materiais compósitos, matriz polimérica e cargas em compósitos, e o estado da arte para fins de comparações com outras literaturas.

A terceira seção aborda os materiais, procedimentos experimentais e técnicas utilizadas na produção dos materiais compósitos. Essas etapas são apresentadas de maneira detalhada por meio de fluxogramas e imagens.

A quarta seção destaca os resultados adquiridos por meio da caracterização por difração de raios X e análise termogravimétrica, ensaios físicos, tração e flamabilidade dos materiais

compósitos. Esses resultados são apresentados em gráficos e tabelas, acompanhados de uma análise detalhada.

A quinta seção destaca de maneira concisa as conclusões alcançadas em relação aos objetivos propostos no trabalho, e oferece sugestões para possíveis investigações futuras.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Materiais Compósitos

Os primeiros registros arqueológicos do uso de materiais compósitos datam de cinco a seis mil anos A.C., através do método de construção conhecido como "pau a pique". Esse método envolvia a combinação de madeira e bambu, amarrados com cipós e preenchidos com argila. No entanto, somente em meados do século XX, os compósitos ganharam destaque como materiais de engenharia, impulsionados pelo aprimoramento das técnicas de fabricação e conformação, além do controle preciso das propriedades. Esses avanços foram cruciais para atender às exigências de alto desempenho nas indústrias automobilísticas, bélicas e aeroespaciais (Moraes, 2019).

Apesar de inicialmente destacados nessas indústrias, os materiais compósitos são agora amplamente utilizados em diversos setores e produtos de uso cotidiano, como pranchas de surf, cadeiras, piscinas e portas, entre outros. Essa adoção generalizada é impulsionada pela busca constante por materiais que ofereçam melhores características físicas e químicas, juntamente com uma excelente relação entre resistência e peso, resultando em uma redução significativa de peso em comparação com os metais (Moraes, 2019; Gomes, 2023).

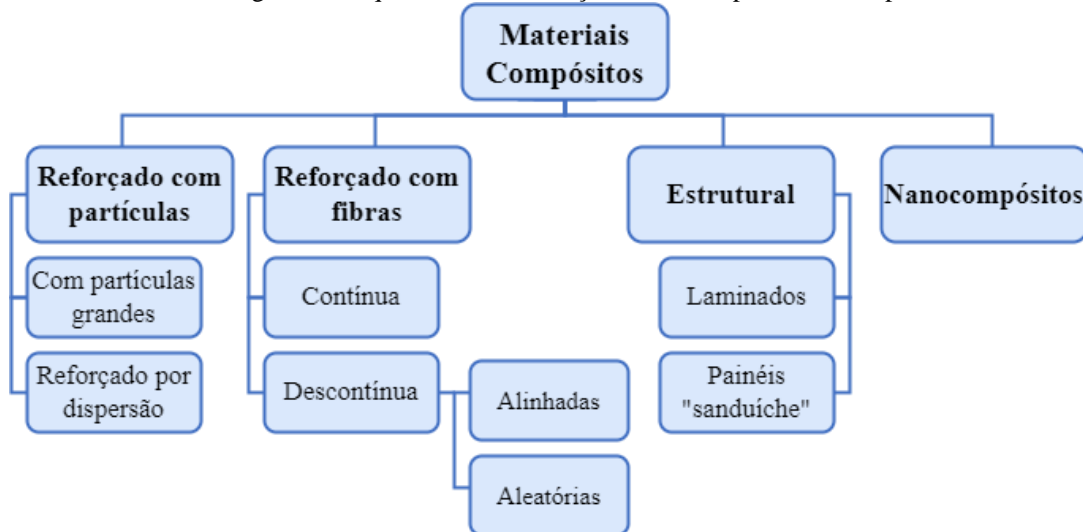
Em relação a definição, os materiais compósitos fazem parte de uma classe de materiais formulados a partir de outros de diferentes naturezas, onde o objetivo principal é conciliar as propriedades. As combinações podem ser entre metais, cerâmicas e polímeros, sendo vinculadas às condições de processamento e às incompatibilidades entre os componentes (Nunes, 2023; Santos, 2007).

Os compósitos são concebidos de forma a suportar as cargas mecânicas através do reforço. Suas propriedades são influenciadas pela matriz plena (fase contínua), pelo reforço (fase dispersa) e pela camada limite entre eles, conhecida como interface. Portanto, ao projetar um compósito, diversas variáveis precisam ser consideradas, incluindo o tipo de matriz (metálica, cerâmica ou polimérica), o tipo de reforço (fibras ou partículas), suas proporções relativas, o método de cura e produção, bem como a natureza da interface. O controle preciso de cada uma dessas variáveis é essencial para a produção de compósitos otimizados para as condições específicas a que serão submetidos (Gibson, 2016).

Para atender às diversas aplicações, são buscadas propriedades como rigidez, densidade, resistência mecânica, condutividade, resistência à corrosão e desempenho térmico. Essas propriedades são alcançadas por meio da combinação apropriada de diferentes tipos de materiais e do controle da interação entre a matriz e a fase dispersa (Askeland, 2014).

Observando a natureza multifásica e desenvolvendo classificações para a fase dispersa, é possível mencionar quatro tipos, como ilustrado na Figura 1.

Figura 1 - Esquema de classificação da fase dispersa dos compósitos



Fonte: Adaptado de Callister, 2021.

Na fase matriz, existem três tipos fundamentais: matrizes poliméricas, metálicas e cerâmicas. Além de fornecer a forma ao material, a matriz desempenha um papel crucial na proteção da fase dispersa contra abrasão mútua e degradação proveniente do meio externo. Em geral, matrizes poliméricas e metálicas são empregadas quando se busca uma combinação de resistência com certa ductilidade. No caso de matrizes cerâmicas, o reforço é utilizado para aprimorar a tenacidade à fratura da matriz, destacando a interdependência entre as fases (Moraes, 2019).

2.1.1 Matriz Polimérica

A fase matriz em um material compósito é uma das componentes cruciais que influenciam significativamente as propriedades do material. Isso ocorre devido às alterações físicas e químicas que a matriz pode sofrer durante o processamento, especialmente em relação à sua forma e à adesão entre a matriz e o reforço. Assim, a matriz não apenas exerce uma influência direta nas propriedades dos compósitos, mas também determina os parâmetros e processos adotados para a formação do material (Sousa, 2022).

Além disso, é conhecido que a maior parte das propriedades mecânicas está relacionada ao tipo de reforço utilizado no compósito. No entanto, é importante destacar que o tipo de matriz desempenha um papel crucial ao influenciar propriedades como resistência ao calor, cisalhamento, compressão, entre outras (Sousa, 2022).

Nesse tipo de compósito, a fase matriz é constituída por um polímero, que é um composto macromolecular formado pela ligação de inúmeras unidades repetidas, chamadas de meros, através de um processo de polimerização formando as cadeias através de reações químicas. O tipo de reação a que um polímero é submetido e a técnica de polimerização empregada exercem uma influência direta nas propriedades finais do material produzido (Canevarolo, 2010; Botelho, 2006). No que se refere ao comportamento mecânico, os polímeros podem ser classificados como elastômeros, termofixos ou termoplásticos (Callister, 2021).

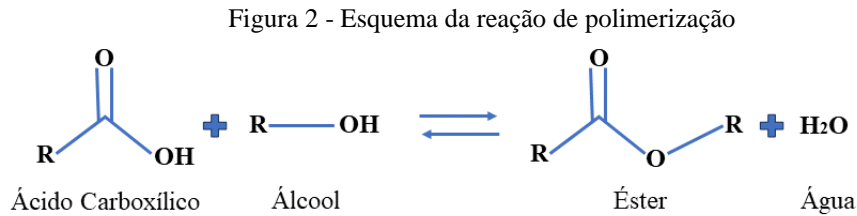
Os polímeros são uma escolha ideal para a fase matriz devido à sua combinação de propriedades como flexibilidade, durabilidade, resistência, adaptabilidade, leveza, versatilidade, baixo custo e facilidade de confecção, desde que atendam às exigências específicas da aplicação do compósito.

As resinas, comumente encontradas na fase matriz dos polímeros, possuem características e propriedades específicas. Os termofixos são os polímeros mais demandados como matrizes, principalmente devido ao baixo custo da matéria-prima e do processamento em comparação com as matrizes termoplásticas. A resina de poliéster destaca-se como uma das principais matrizes termofixas (Moraes, 2019; Barcellos *et al*, 2009).

2.1.2 Resina Poliéster

As resinas de poliéster podem ser classificadas como saturadas ou insaturadas. As resinas saturadas, disponíveis em forma de filmes e fibras, são utilizadas em aplicações termoplásticas, enquanto as resinas insaturadas são preferencialmente empregadas em compósitos devido à sua acessibilidade econômica, facilidade de processamento e boas propriedades químicas, mecânicas e elétricas (Moura, 2011).

As resinas poliéster fazem parte de uma família de polímeros formada pela reação entre ácidos orgânicos dicarboxílicos e glicóis. Nesse processo de síntese, ocorre a formação de moléculas com cadeias longas e lineares. A síntese da resina poliéster segue a reação de polimerização por condensação em etapas, envolvendo a reação de um álcool com um ácido, resultando em uma reação de esterificação que forma éster e água (Levy Neto e Pardini, 2016). A Figura 2 ilustra esquematicamente a reação.



Fonte: Adaptado de Levy Neto e Pardini, 2016.

O processo de cura da resina poliéster geralmente acontece em temperatura ambiente. No entanto, para acelerar esse processo, são empregados o iniciador, como peróxido orgânico ou compósito alifático, e um acelerador. Durante a cura, o acelerador fornece calor para a decomposição do iniciador, e a quantidade desses componentes controla a velocidade da reação (Gomes, 2023; Santos, 2007).

2.2 Cargas em Compósitos

Os compósitos particulados consistem em partículas de um ou mais materiais dispersos em uma matriz. Esses compósitos exibem uma combinação única de propriedades, geralmente envolvendo uma fase particulada que é mais dura e mais rígida do que a fase contínua. O tamanho das partículas influencia o aumento da resistência em nível atômico (reforço por dispersão) e não atômico (reforço com partículas grandes) (Sousa, 2022; Santos, 2007).

As cargas são incorporadas aos polímeros com o propósito de aprimorar diversas propriedades, como resistência à abrasão, limite de resistência à tração, compressão, tenacidade, estabilidade dimensional e térmica, entre outras. Algumas das cargas mais utilizadas incluem pó de madeira, pó de sílica e areia, vidro, argila, talco e calcário (Tavares, 2021).

As cargas são escolhidas, principalmente, devido ao baixo custo e impacto ambiental positivo, como no caso da reutilização de resíduos sólidos industriais. No entanto, suas vantagens vão além disso, incluindo características como menor exotermia durante o processo de cura do poliéster, propriedades de pigmentação, efeitos de retardância à chama, isolamento elétrico, tixotropia e resistência ao desgaste por abrasão. Contudo, devido ao baixo impacto que algumas cargas podem ter nas propriedades físico-mecânicas, seu uso nem sempre é recomendado. Portanto, é crucial considerar as exigências técnicas específicas que o artefato deve atender antes de decidir pela utilização das cargas (Moraes, 2019; Costa, 2016).

2.2.1 Caulim

O caulim é classificado como um dos minerais mais abundantes da crosta terrestre e destaca-se como um dos minerais de maior importância industrial devido às suas propriedades

e aplicações diversificadas. Desempenha funções cruciais como cobertura e carga de papel, cerâmica, tintas, plásticos, borracha, adesivos, cimentos, inseticidas, gesso, fibras de vidro, produtos químicos, abrasivos, entre outras finalidades (Sousa, 2022; Serrão, 2019).

O caulim é uma rocha de coloração branca e granulometria fina composta por um conjunto de silicatos hidratados, constituído predominantemente pelo mineral caulinita. Além disso, apresenta outros compostos, em menores quantidades, como haloisita e impurezas como areia, quartzo, mica, feldspato e óxidos de ferro e titânio (Sousa, 2022; Costa, 2016).

A obtenção do caulim começa com a remoção da camada estéril e a extração do minério bruto. Após a eliminação da areia, o material é disperso em água e levado para o processo de beneficiamento. Nesse estágio, ocorre a centrifugação, seguida pela remoção do ferro através de separação magnética e branqueamento químico. Posteriormente, o material resultante é filtrado e seco, sucedendo nos produtos finais prontos para embarque (ANM, 2023).

De acordo com dados da Agência Nacional de Mineração (ANM), em 2023, o Brasil deteve cerca de 2,1 milhões de toneladas de produção bruta de caulim. Na região Norte do país, especificamente no Pará, estão localizadas as principais mineradoras de caulim nacional (Figura 3). O estado do Pará contribui com aproximadamente 1,1 milhão de toneladas da produção interna desse material em 2023.

Figura 3 - Reserva de Caulim em Ipixuna - PA



Fonte: Imerys do Brasil.

Existem dois tipos de depósitos de caulim: primário e secundário. Os caulins primários são resultado da alteração de rochas *in situ* e podem ser classificados como resultados de alteração hidrotermal ou intempérica de rochas cristalinas. Os caulins secundários são formados pela deposição de sedimentos, resultantes de processos de erosão e deposição dos depósitos primários em bacias. Há predominância de depósitos de caulim primários em relação aos depósitos secundários, pois ocorre a necessidade de condições geológicas especiais para a deposição e preservação do caulim secundário (Medeiros *et al*, 2020).

No Brasil, os depósitos de caulim secundários são encontrados nos estados do Amazonas, Pará e Amapá, possuindo grandes reservas e propriedades físicas e químicas adequadas para diversas aplicações industriais. Contudo, apresentam um teor mais elevado de óxidos de ferro e titânio, comprometendo sua cor original branca. Em contrapartida, nos demais estados brasileiros com ocorrências de caulim, como Paraíba, Rio Grande do Norte, Minas Gerais e São Paulo, predominam depósitos do tipo primário (Wilson *et al*, 1998).

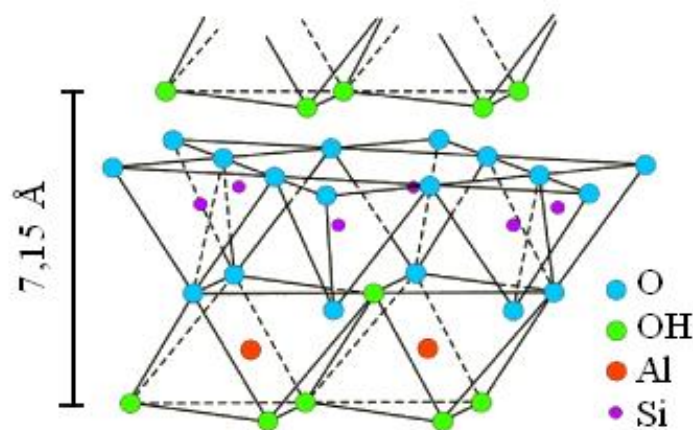
O caulim é uma argila essencialmente composta pelo mineral argiloso caulinita $[\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4]$, que pertence à família dos filossilicatos, cuja composição teórica é de 39,5% de Al_2O_3 , 46,54% de SiO_2 e 13,96% de H_2O (Silva, 2023).

2.2.2 Caulinita

Do ponto de vista químico, a caulinita pode ser definida como um silicato hidratado de alumínio com uma estrutura em camadas do tipo 1:1, com partículas que apresentam uma camada de tetraedros de sílica (SiO_4) e uma camada de octaedros de alumínio $[\text{Al}(\text{OH})_6]$, com um espaçamento basal de 7 Å (Sales, 2011).

No entanto, em sua composição, podem coexistir diferentes estruturas de silicato de alumínio hidratado, incluindo haloisita, nacrita e diquita. A configuração predominante da caulinita é representada na Figura 4 (Medeiros *et al*, 2020). A formulação química da caulinita é expressa por $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, embora também seja representada por $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e $\text{Al}_2\text{O}_7\text{Si}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. A massa molecular da caulinita é de aproximadamente $258,071 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ (Panda *et al*, 2010).

Figura 4 - Representação esquemática da estrutura da caulinita (1:1)



Fonte: Adaptação de Grim, 1968.

Devido à presença de sítios distintos nas faces basais e camadas, a superfície da caulinita é considerada portadora de uma química complexa. A cristalinidade da caulinita varia de

pequena a alta, dependendo de sua gênese natural, o que influencia sua reatividade química. A substituição isomórfica de átomos de Al^{3+} por Fe^{2+} e Fe^{3+} é a reação mais comum que a caulinita pode sofrer. O íon Fe^{3+} é uma das impurezas mais frequentes na estrutura da caulinita, e sua presença impacta na capacidade de troca catiônica da mesma, que é relativamente baixa (Sales, 2011).

Como mostrado na Figura 4, as camadas assimétricas eletricamente neutras da caulinita são compostas por íons OH^- e O^{2-} , proporcionando-lhe um caráter hidrofílico. Devido à ligação dos hidrogênios dos grupos OH presentes nos octaedros de alumínio com oxigênios pertencentes aos tetraedros de silício, as estruturas são compostas por camadas tetraédricas de silício e camadas octaédricas de alumínio. As folhas são unidas por ligações covalentes realizadas pelo oxigênio (forças intralamelares), enquanto as lamelas são conectadas por interações de hidrogênio (forças interlamelares) (Pires, 2018). A caulinita tem sido objeto de diversos estudos devido às reações químicas que ocorrem entre suas lamelas.

2.3 Caulim Tratado Quimicamente

Um método alternativo de modificação que tem mostrado grande promessa é a intercalação do caulim com compostos orgânicos, visando melhorar suas propriedades. A reação de intercalação é caracterizada como reversível, na qual uma espécie hóspede, seja um íon, átomo ou molécula, preenche um espaço vazio dentro de uma estrutura sólida. O fenômeno conhecido como intercalação é um processo que promove modificações químicas na estrutura da superfície interna da caulinita (Monte, 2003; Martinello, 2014).

Quimicamente, a caulinita é um silicato de alumínio hidratado, que apresenta sua estrutura lamelar organizadas em uma camada composta por tetraedros de Si e outra camada de octaedros de Al (Król-Morkisz e Pieliowska, 2019), possui propriedades que são amplamente influenciadas por essa estrutura, permitindo a intercalação de diferentes espécies (átomos neutros, íons ou moléculas) entre esses espaços lamelares. Essa conformação específica possibilita a intercalação da caulinita com diversas substâncias polares, como dimetilsulfóxido, ureia e acetato de potássio (Sehwartz *et al.*, 2021).

Quando a caulinita é exposta a soluções aquosas contendo diversos compostos, suas camadas sofrem expansão devido à inserção das moléculas presentes nos espaços interlamelares. Essa distância entre dois planos lamelares é chamada de distância interplanar basal ou espaçamento basal (Martinello, 2014). O distancia interplanar quando alterada é indicada pelo difratômetro de raios X, e, normalmente, acontece de as reações de intercalação

produzirem picos em ângulos de reflexão mais baixos que a amostra original de caulinita, por causa do aumento do espaçamento basal (Oliveira, 2012; Costa, 2009).

No processo de intercalação, as ligações de hidrogênio são quebradas, o que leva à expansão do espaçamento basal da caulinita. Posteriormente, ocorre a organofilicidade, na qual o material intercalado deve ter uma polaridade significativa, exigindo assim que o monômero de intercalação seja de tamanho adequado. Os íons de potássio intercalado se ligam as folhas octaédricas e tetraédricas da caulinita (Pires, 2018).

Os fatores que influenciam o grau de intercalação da caulinita incluem o tamanho das partículas, o tempo de reação, o índice de cristalinidade da caulinita e, em algumas circunstâncias, a presença de água. Todos esses fatores podem ser gerenciados para alcançar um maior grau de intercalação em um período de tempo mais curto (Oliveira, 2012). Makó, Rutkai e Kristóf (2010) dizem que o acetato de potássio é um dos reagentes mais comuns e sua intercalação com caulinita proporciona um maior espaçamento basal.

A Tabela 1 apresenta o espaçamento basal da caulinita intercalada com diferentes compostos orgânicos.

Tabela 1 - Espaçamento basal da caulinita

Compostos Intercalantes	Condições Experimentais		Espaçamento basal (Å)
	Tempo de reação (dias)	Temperatura (°C)	
Ureia (*)	1	60	10,4
Formamida	4	60	10,1
Dimetilsulfóxido	1,25	50	11,2
Acetato de potássio (*)	1	65	14,0

(*) solução aquosa concentrada

Fonte: Adaptado de Lagaly, 1984.

O espaçamento basal da caulinita, geralmente em torno de 7,2 Å, é mantido pela presença de ligações de hidrogênio entre suas camadas adjacentes, impedindo sua expansão. No entanto, através de modificações químicas, esse espaçamento pode ser aumentado para uma faixa entre 10,0 e 14,7 Å, dependendo do tamanho e arranjo das moléculas inseridas. Durante o processo de intercalação, as moléculas inseridas podem quebrar as ligações de interação entre as camadas da caulinita, levando à formação de novas interações de hidrogênio com as hidroxilas e oxigênios da superfície interna (Gluitz, 2016).

2.4 Compósitos Produzidos com Carga Mineral

Barbosa (2018) estudou a produção de materiais compósitos com fibras vegetais de bambu, compósitos com resíduo de caulim flint e compósitos híbridos fibra/resíduo. As frações do compósito com resíduo de caulim flint foram de 10% à 40%. O método de confecção utilizado foi *hand lay-up*. A autora realizou ensaio de tração, difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica por varredura (MEV). Para tração, os resultados mostraram aumento no valor de limite de resistência a tração em relação a matriz.

Costa (2016) estudou a produção e caracterização física, mecânica, chama, térmica, mineralógica e morfológica dos compósitos poliméricos com fibras vegetais (sisal, malva e juta), compósitos com resíduos industriais (lama vermelha, caulim e cinzas), e compósitos híbridos resíduos/fibras. A fração mássica dos compósitos de resíduo de caulim foram de 10% à 50%. Os resultados de propriedades físicas aumentaram com adição de resíduo, e para análise térmica, observou-se uma estabilidade nas porcentagens de resíduos realizadas.

Martinello (2014) estudou processos de intercalação do acetato de potássio (KAc) na matriz da caulinita através de processos mecanoquímico e por imersão, com frações mássicas de 20% e 30%, realizando técnicas de caracterização por difração de raios X (DRX), infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e análises térmicas. A autora observou melhores resultados na porcentagem de 20% quando utilizado o método via úmido.

Moraes (2019) estudou a produção de compósitos de matriz polimérica utilizando resíduos de lama vermelha, caulim, cobre e cinzas volantes em proporções variando entre 5% e 35%, através do método *hand lay-up*, com análises mineralógicas, ensaios físicos, ensaio de tração e flexão, ensaio de flamabilidade e microscopia eletrônica de varredura. O autor observou que as propriedades físicas e de tração aumentaram conforme adição de carga na matriz, e os compósitos apresentaram diminuição na taxa de propagação para propriedade de flamabilidade.

Pires (2018) estudou maneiras de facilitar o processo de inserção de íons através da ativação da caulinita com ácido fosfórico e intercalação com acetato de potássio em diferentes concentrações, com caracterização por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), difratometria de raios X (DRX), análise térmica (DTA), espectroscopia de energia dispersiva (EDS), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e fotometria de chama. A autora observou a intercalação do acetato de potássio através do DRX devido surgimento de pico em ângulo mais baixo que o original da caulinita.

Sousa (2022) estudou a análise da influência do resíduo de caulim, em frações mássicas de 10% até 40%, como carga em compósitos de matriz polimérica a partir de caracterizações

físicas, ensaio de impacto, flamabilidade e microscopia eletrônica de varredura. Para propriedades físicas, os resultados obtidos foram menores em relação a matriz plena, com destaque para 40% de resíduo de caulim; para o ensaio de flamabilidade, os compósitos apresentaram taxas de propagação menores que exigidos pela norma, com destaque para 10% de resíduo de caulim.

Tavares (2021) estudou a incorporação de resíduo de caulim, *in natura* e calcinado, em frações de 5% e 10%, em compósitos de matriz polimérica através do método *hand lay-up*, com análise das propriedades físicas, mecânica e de resistência à chama. A autora obteve resultados de propriedades físicas e tração que aumentaram conforme adição de resíduo, e obteve taxas de propagação menores que exigidos pelas normas para o ensaio de flamabilidade.

Este trabalho propõe o estudo da análise da aplicação do resíduo de caulim, em frações mássica de 10% e 20%, intercalado com acetato de potássio como carga em compósito de resina poliéster isoftálica. O método de confecção realizado foi *hand lay-up* com compressão, e análises de caracterizações mineralógica, físicas, mecânica, flamabilidade e térmica.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

3.1.1 Matriz Polimérica

Para a matriz polimérica do compósito foi utilizada a resina poliéster cristal, com sistema ativador-iniciador composto por acelerador de cobalto (CAT-MET) na proporção de 1,5% (v/v) e com o iniciador de cura BUTANOX M-50 (MEK-P) na proporção 1% (v/v). A Tabela 2 apresenta a ficha técnica da resina poliéster utilizada.

Tabela 2 - Ficha técnica de propriedades da resina

Propriedades da Resina líquida				Propriedades da Resina curada*			
	Unid.	Valores	Métodos Análises		Unid.	Valores	Métodos Análises
Aspecto	25 °C	Líquido incolor	Visual	Aspecto	25 °C	Cristal/ incolor	Visual
Viscosidade (sp3/12 RPM)	cP	1100 – 1600	ITL-04	Resist. máx.	MPa	55	ASTM D-638
Densidade	g/cm ³	1,10 – 1,12	ITL-05	Mód. elastic.	GPa	1,9	ASTM D-638
Pico exotérmico	°C	130 – 180	ITL-135	Elongação	%	3,1	ASTM D-638

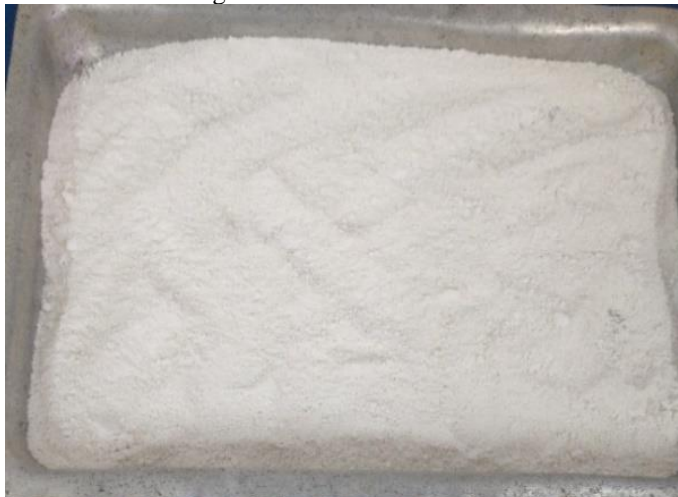
Catálise: A ser realizada com 1,0% em peso de peróxido de Metil Etil Cetona (p-MEK) em 100g resina a 25°C.
(*). Propriedades mecânicas da resina curada sem reforço, com pós cura de 2 horas a 80°C

Fonte: Adaptação de Oswaldo Cruz Química.

3.1.2 Resíduo de Caulim

O resíduo industrial de caulim foi cedido por uma empresa, que realiza o beneficiamento de caulim para cobertura de papel, localizada no município de Barcarena-PA. A Figura 5 apresenta o resíduo de caulim (RC).

Figura 5 - Resíduo de caulim



Fonte: Elaborador pela autora.

3.2 Equipamentos Utilizados

Todos os equipamentos utilizados neste trabalho encontram-se no Laboratório de Preparação de Matérias-Primas e Tecnologia Cerâmica (LabCer – UFPA/FEMat), na Usina de Materiais (USIMAT), Laboratório de Catálise e Biocatálise (LABCAT) e no Laboratório de Materiais Porosos e Sintetizados (LAMPS).

O procedimento de intercalação foi realizado através de agitador magnético MAG Mixer modelo MH 81, estufa SolidSteel SSD-150L, balança Semi Analítica 2200G S2202, Becker 500 mL, peneira de 100 *mesh* da série Tyler, funil de vidro, papel de filtro quantitativo e suporte universal para funil.

Durante a confecção dos compósitos foram utilizados os equipamentos de estufa DE LEO – Equipamentos Laboratoriais, balança analítica BIOSCALE (modelo FA-2204), molde metálico, dimensões 320 mm x 172,5 mm x 5 mm, prensa hidráulica MARCON (modelo MPH-15), com capacidade de 10 Ton. Para os cortes dos corpos de prova foi utilizada a máquina de corte EINHELL (modelo BT-TC-9005). A Figura 6 apresenta alguns equipamentos utilizados na elaboração deste trabalho.

Figura 6 - Equipamentos utilizados: (a) balança analítica, (b) estufa, (c) máquina de corte, (d) suporte universal, funil e Becker, (e) peneira (f) molde metálico



Fonte: Elaborado pela autora.

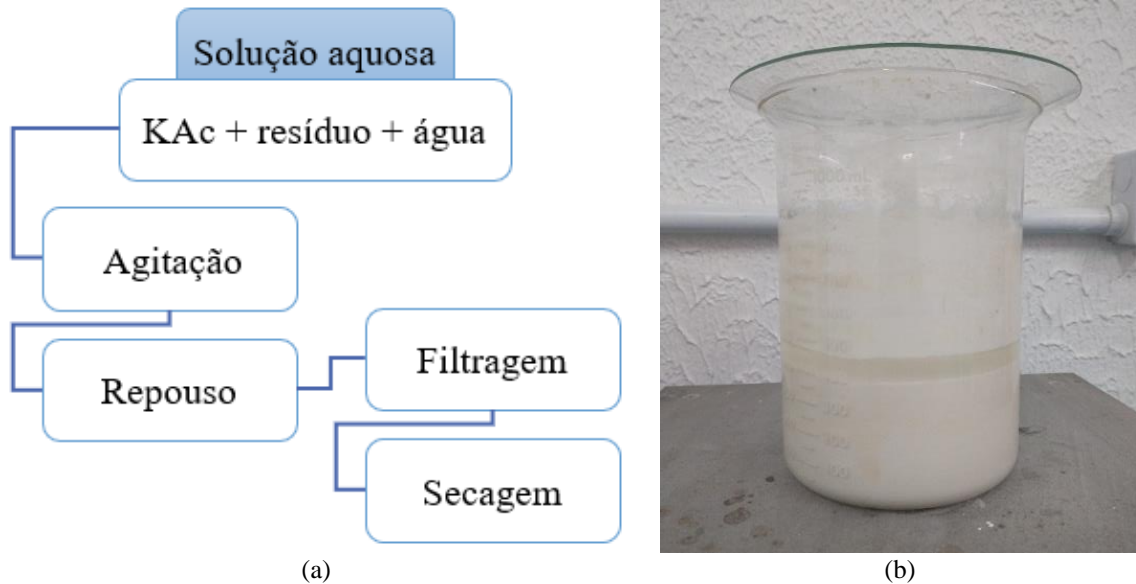
3.3 Métodos

3.3.1 Tratamento Químico do Caulim com Acetato de Potássio

Inicialmente, o RC foi secado em estufa por um período de 24 horas à 105 °C para ser classificado em peneira de 100 *mesh* da série Tyler.

O processo de tratamento químico foi realizado por via úmida, consistindo em uma solução aquosa de 2,6 mol de resíduo de caulim *in natura* com 1 mol de solução de acetato de potássio (KAc), e 340 mL de água destilada em um Becker. A solução ficou sob agitação magnética por 8h em temperatura ambiente e, logo depois, ficou em repouso. Ao final de 24 horas, realizou-se a filtragem em papel filtro quantitativo e o material foi levado à estufa em temperatura de 60 °C por 6 horas. A Figura 7 mostra o fluxograma da realização e a solução durante o processo de intercalação.

Figura 7 - Processo de intercalação: a) Fluxograma do processo e b) Solução durante o processo



Fonte: Elaborador pela autora.

3.3.2 Difração de Raios X (DRX)

A caracterização mineralógica, tanto do RC *in natura* quanto do resíduo de caulim tratado (RCT), foi realizada por análise de difração de raios X (DRX), através do método do pó, em difratômetro da Rigaku Corporation, modelo MINIFLEX 600, goniômetro (Theta/Theta), tubos de raios X cerâmico de ânodo de Cu ($K\alpha_1 = 1,54060 \text{ \AA}$). As análises foram realizadas no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE), da Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará (UNIFESSPA).

O tratamento dos dados foi realizado com o software X'Pert High Score, versão 3.0e, da PANalytical, consultando o banco de dados de fichas cristalográficas (CIF) disponibilizado por Inorganic Crystal Structure Database (ICSD). A Figura 8 ilustra o equipamento.

Figura 8 - Difratorômetro de Raios X



Fonte: Rigaku, 2024.

3.3.2.1 Índice de Reação (IR)

Utilizando a Equação 1 juntamente com a análise de DRX, calculou-se o índice de reação (IR) da intercalação para cada amostra.

A taxa de percentual de intercalação foi feita com base no cálculo da altura dos picos de difração referente as reflexões (001) da caulinita e do material intercalado caulinita-KAc. A distância lamelar foi determinada utilizando a Lei de Bragg (Equação 2).

$$IR = \left(\frac{I_{i(001)}}{I_{k(001)} + I_{i(001)}} \right) \times 100 \quad (1)$$

$$2d \sin \theta = n \times \lambda \quad (2)$$

Onde IR corresponde a índice de reação da intercalação, em porcentagem, $I_{i(001)}$ representa a altura do pico referente ao espaçamento basal 001 do material intercalado e $I_{k(001)}$ é a intensidade do pico da caulinita pura.

Onde d representa a distância lamelar, λ é o comprimento de onda da fonte de feixe de raios X incidente ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) e n é um número inteiro

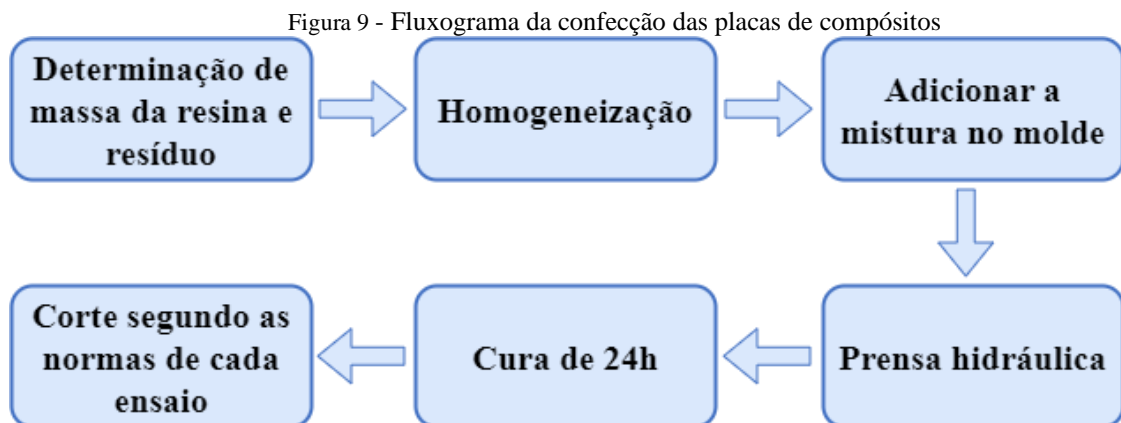
3.3.3 Análise Termogravimétrica (TGA)

Para a análise termogravimétrica foi utilizado o equipamento NEXTA STA 300 – Hitachi, operando na faixa de temperatura ambiente a 1000 °C em uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, sob atmosfera inerte de nitrogênio. O ensaio foi realizado no Laboratório de Caracterização de Materiais (LABCMAT), da Universidade Federal do Pará (UFPA), *Campus* Belém.

3.3.4 Confeção dos Compósitos

Os compósitos foram produzidos em formato de placas retangulares conforme o molde metálico utilizado, através do método *hand lay-up* (manual) associado à compressão. A produção foi realizada no Laboratório de Catálise e Biocatálise (LABCAT), da Universidade Federal do Pará (UFPA), *Campus* Belém.

Houve confecção de placas com resina poliéster e placas com a matriz e o RCT em frações mássicas de 10% e 20% de resíduo, sendo essas proporções estabelecidas com base na literatura. A Figura 9 apresenta o fluxograma do resumo das etapas de confecção dos compósitos.



Fonte: Elaborado pela autora.

A fase inicial do procedimento envolveu a determinação da quantidade de material necessário para produzir as placas, utilizando cálculos preestabelecidos.

A Tabela 3 apresenta as quantidades individuais de cada componente empregado na produção das amostras, nomeadas Resina Plena (RP), 10% de Resíduo de Caulim Tratado (RCT-10) e 20% de Resíduo de Caulim Tratado (RCT-20).

Tabela 3 - Proporções dos componentes na produção dos compósitos

Amostras	Resina (g)	Resíduo (g)	MEKP 1% (mL)	Cobalto 1,5% (mL)
RP	310,50	0	2,76	4,14
RCT-10	279,45	31,05	2,48	3,72
RCT-20	248,40	62,10	2,21	3,31

Fonte: Elaborado pela autora.

Posteriormente, o RCT foi levado a estufa por 20 minutos à 105 °C, a fim de eliminar a umidade superficial e prosseguir com o processo.

O processo prosseguiu com a aplicação de desmoldante no molde metálico para facilitar a remoção da placa. O acelerador de cobalto foi introduzido na resina, seguido pela adição do RCT. A homogeneização foi conduzida para minimizar a formação de aglomerados e assegurar uma dispersão adequada na matriz. Ao final, o iniciador foi incorporado e uma nova homogeneização foi realizada. A mistura foi vazada no molde metálico, aguardando o tempo de gel, cerca de 1 a 2 minutos, e, posteriormente, o molde foi submetido a um processo de prensagem com carga constante de 25 kN por 20 minutos.

Após a placa ser removida, foi armazenada por um período de 24 horas para conclusão do processo de cura. As placas resultantes foram então cortadas utilizando uma máquina de corte, e os corpos de prova foram produzidos de acordo com as diretrizes estabelecidas nas normas específicas de cada ensaio.

3.3.5 Determinação da Massa Específica do Resíduo Tratado

A massa específica aparente do resíduo de caulim tratado foi determinada pelo método do picnômetro no Laboratório de Materiais Porosos e Sintetizados (LAMPS), da Universidade Federal do Pará (UFPA), *Campus* Belém. O método consiste em medir a massa do picnômetro vazio (m_1), massa do picnômetro + resíduo tratado (m_2), massa do picnômetro + resíduo + água destilada (m_3) e a massa do picnômetro + água destilada (m_4). Dessa forma, foi possível calcular a massa específica aparente por meio da Equação (3).

$$MEA \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{m_2 - m_1}{(m_4 + m_2) - (m_1 + m_3)} \times \rho_{H_2O} \quad (3)$$

Onde ρ_{H_2O} é tabelado de acordo com a temperatura da água destilada utilizada.

3.3.6 Ensaios Físicos

A análise física desses materiais compostos foi realizada no Laboratório de Materiais Porosos e Sintetizados (LAMPS), da Universidade Federal do Pará (UFPA), *Campus* Belém. Os corpos de prova foram submetidos a testes de Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA), conforme as diretrizes das normas ASTM D 570, ASTM D 2734 e ASTM D 792, respectivamente. E com base nos resultados de cada ensaio, foi realizada a análise de variância (ANOVA) através do teste de Duncan através do software TIBCO Statistica® versão 14.0.0.15, com nível de significância de 5%.

As propriedades físicas de AA, PA e MEA foram calculadas a partir das Equações (4), (5) e (6) respectivamente. Para cada compósito avaliado, foram ensaiados seis corpos de prova.

$$AA(\%) = \frac{M_u - M_s}{M_s} \times 100 \quad (4)$$

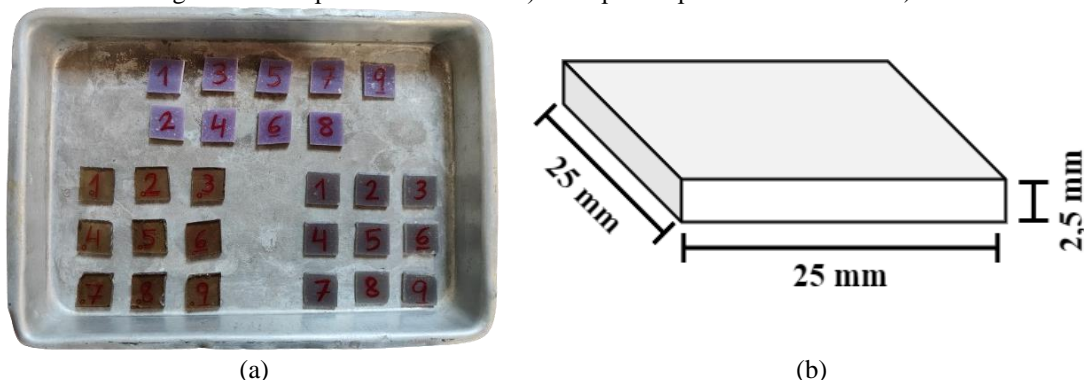
$$PA(\%) = \frac{M_u - M_s}{M_u - M_i} \times 100 \quad (5)$$

$$MEA(\text{g/cm}^3) = \frac{M_s}{M_s - M_i} \times \rho_{\text{H}_2\text{O}} \quad (6)$$

Onde M_s é a massa seca em g; M_u é a massa úmida em g; M_i é a massa imersa em g.

Inicialmente, os corpos de prova foram submetidos a um processo de secagem em estufa por 24 horas, a uma temperatura de 105 °C. Em seguida, foram pesados utilizando uma balança analítica para determinar a massa seca. Posteriormente, foram imersos em água destilada por 24 horas e novamente pesados para a obtenção da massa úmida. Ao final, foi determinada a massa imersa dos corpos de prova. Cada composição foi testada em nove corpos de prova. A Figura 10 mostra os compósitos utilizados para realização do ensaio e suas dimensões.

Figura 10 - CP para ensaio físico: a) CP's pronto para ensaio físico e b) Dimensões



Fonte: Elaborado pela autora.

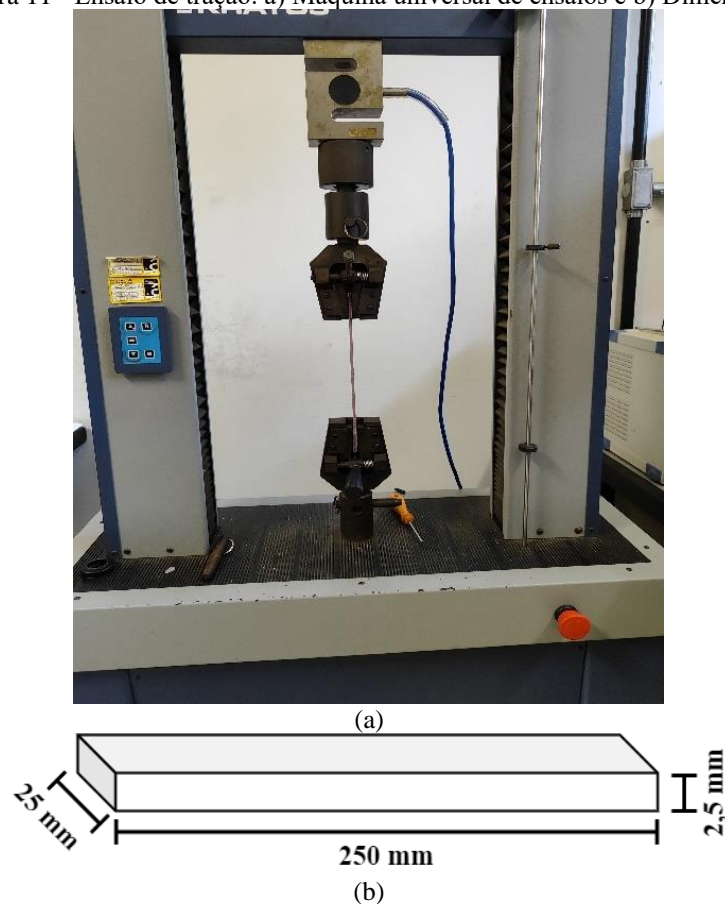
3.3.7 Ensaio de Tração

Os testes de tração foram conduzidos nos corpos de prova produzidos com RP e com RCT com as porcentagens estabelecidas, em conformidade com a norma ASTM D-3039 (American Society For Testing Materials), nas instalações do laboratório de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Pará.

Utilizou-se uma máquina universal de ensaios, da marca KRATOS modelo KE 2000 MP, equipada com sistema de aquisição de dados, célula de carga de 5 kN, velocidade de 2 mm/min e comprimento útil para medição entre garras de 180 mm.

Os cortes dos corpos de prova foram executados em conformidade com as diretrizes da norma ASTM D3039. Cada composição foi testada em seis corpos de prova. As dimensões dos corpos de prova utilizados no ensaio de tração são ilustradas na Figura 11.

Figura 11 - Ensaio de tração: a) Máquina universal de ensaios e b) Dimensões dos CP's



Fonte: Elaborado pela autora.

A tensão de resistência à tração (σ) em MPa pode ser calculada pela divisão da carga aplicada no corpo de prova pela sua área útil, conforme expresso na Equação 6. Onde F representa a carga aplicada em N e A_0 é a área da seção transversal original em m^2 . A tensão de

engenharia é expressa em MPa. O módulo de elasticidade (E) em MPa pode ser calculado usando a Equação 7.

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (6)$$

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (7)$$

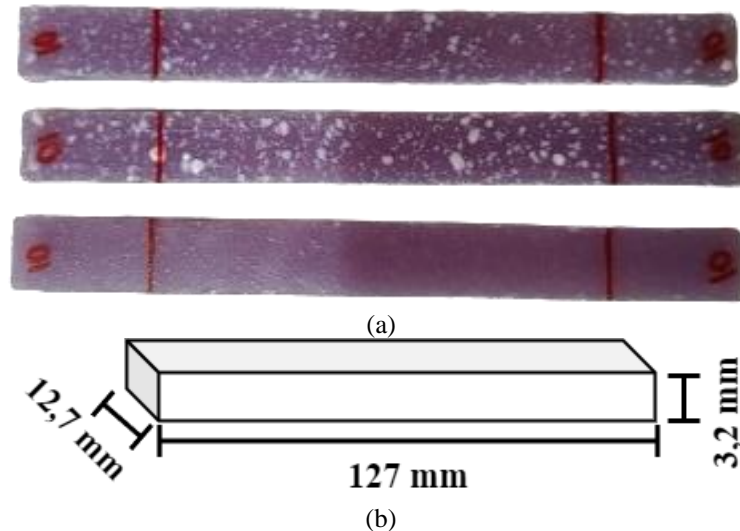
Onde σ representa a tensão de resistência à tração em MPa, e ε é a deformação do corpo de prova.

Nos resultados obtidos para tração foi realizada a análise de variância (ANOVA) através do teste de Duncan através do software TIBCO Statistica® versão 14.0.0.15, com nível de significância de 5%.

3.3.8 Ensaio de Flamabilidade

O ensaio de flamabilidade foi conduzido conforme as diretrizes da norma ASTM D 635, a qual tem como objetivo avaliar a taxa de combustão de materiais poliméricos. Os corpos de prova foram fabricados com dimensões de 127 x 12,7 mm (Figura 12).

Figura 12 - Ensaio de flamabilidade: a) Corpos de prova com marcações e b) Dimensões



Fonte: Elaborado pela autora.

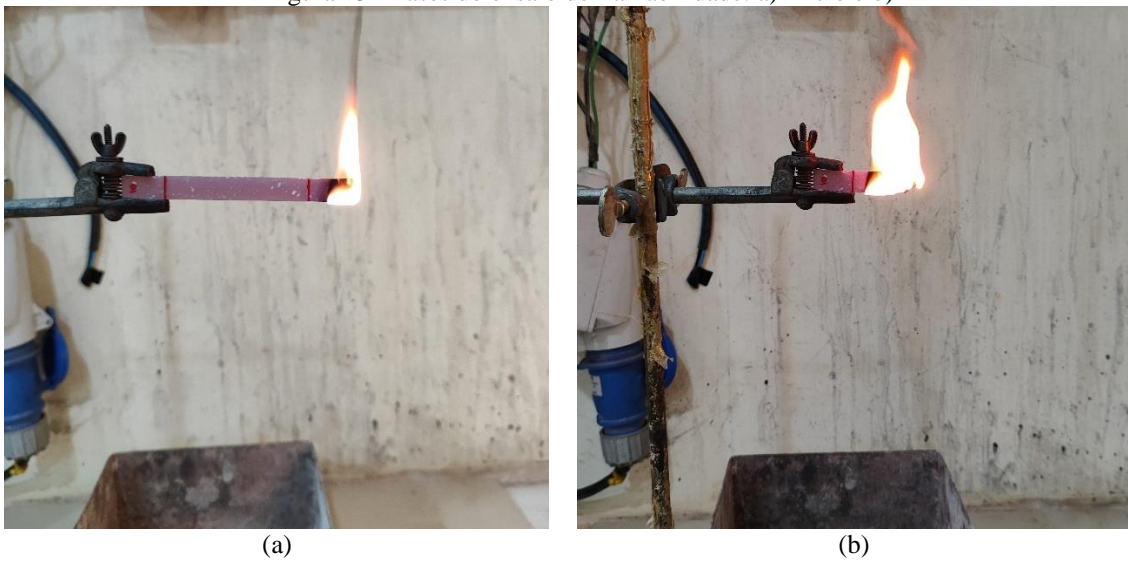
As marcações foram feitas nos corpos de prova e, em seguida, eles foram colocados horizontalmente na garra acoplada a um suporte universal. Utilizando um bico de Bunsen, a chama foi aplicada na extremidade do corpo de prova. Após a chama atingir a primeira marcação, o tempo foi cronometrado até que atingisse a segunda marcação.

A taxa de propagação da chama pode ser determinada utilizando a Equação (8).

$$v = \frac{60l}{t} \quad (8)$$

Onde l é o comprimento (mm) do corpo de prova, t é o tempo (s) de queima, e v representa a taxa de queima (mm/min). As fases do ensaio de flamabilidade são vistas na Figura 13.

Figura 13 - Fases do ensaio de flamabilidade: a) Início e b) Fim



Fonte: Elaborado pela autora.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

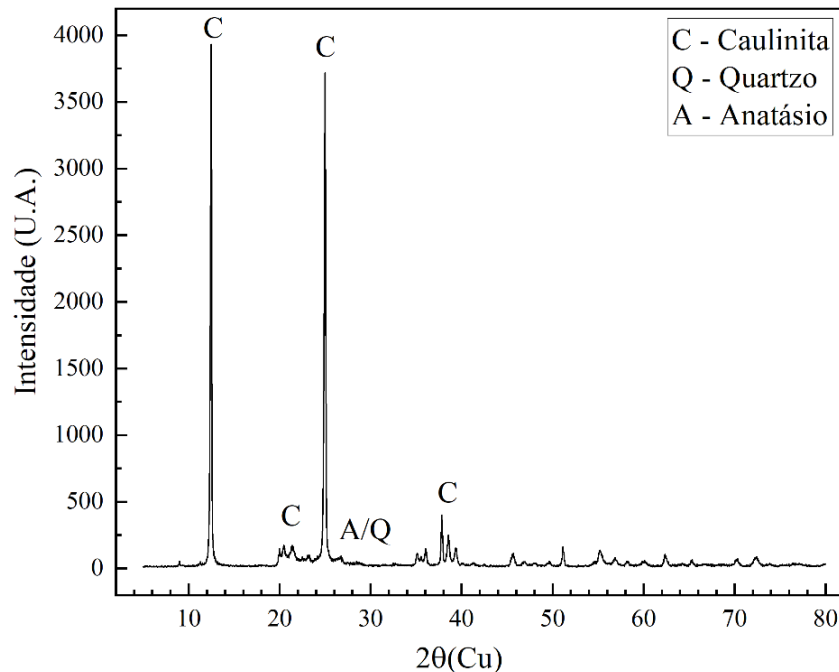
4.1 Difração de raios X (DRX)

O difratograma do resíduo *in natura* está apresentado na Figura 14, onde verifica-se que a amostra é constituída essencialmente pelo argilomineral caulinita (C) (ICSD #068698), e apresentou também picos de anatásio (A) (ICSD #009853) e quartzo (Q) (ICSD #074529), em menor quantidade quando comparados com os picos da caulinita.

Na amostra RC apresenta-se uma estrutura de picos bem definidos em $12,45^\circ$ ($7,10 \text{ \AA}$) e $24,95^\circ$ ($3,56 \text{ \AA}$) de 2θ que são caraterísticos do material. Os picos em aproximadamente 20° de 2θ também são característicos da caulinita. Pires (2018) diz que os picos entre 35° e 40° em 2θ são atribuídos a caulinita, porém variam conforme a origem da amostra.

Segundo Barata e Angélica (2012), os picos agudos e de alta intensidade nos ângulos $12,45^\circ$ e $24,95^\circ$ de 2θ e os tripletes com reflexões bem individualizadas localizados entre 35° e 40° de 2θ são características de uma caulinita com baixa quantidade de defeitos.

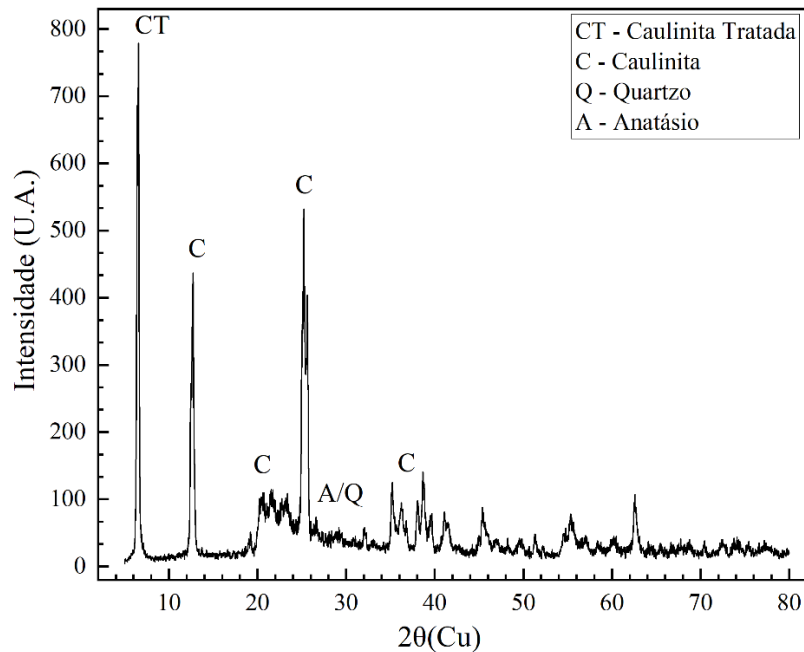
Figura 14 - Difratograma do resíduo de caulim *in natura*



Fonte: Elaborado pela autora.

Em relação a análise da amostra RCT, o difratograma mostra uma mudança nos padrões de difração em comparação a amostra RC. Observa-se o deslocamento do pico d_{001} , antes em $12,45^\circ$ em 2θ , para um ângulo mais baixo em $6,41^\circ$ em 2θ após o processo de intercalação. Houve também uma expansão da distância basal da caulinita presente no resíduo de $7,10 \text{ \AA}$ para $13,77 \text{ \AA}$, após a intercalação. O difratograma do RCT está apresentado na Figura 15.

Figura 15 - Difratoograma do resíduo de caulim tratado



Fonte: Elaborado pela autora.

Segundo Schwartz (2021), pode-se atribuir tal comportamento ao alojamento das moléculas de acetato de potássio no espaço interlamelar da caulinita, por conta das ligações de hidrogênio entre os íons de acetato (CH_3COO^-) com os grupos hidroxila da superfície interna da folha octaédrica de Al e com os átomos de O da folha tetraédrica de Si.

Os picos característicos da estrutura da caulinita pura em aproximadamente 12° e 25° de 2θ se mantiveram presentes, no entanto em menor intensidade. Essa presença dos picos característicos indica que, apesar da expansão ter ocorrido devido a intercalação, a reação não ocorreu em toda a caulinita presente no material.

A intensidade do pico da caulinita intercalada pode configurar que o processo de intercalação obteve efetividade. A partir das análises de difração de raios X, pode-se verificar o aumento na distância interlamelar da caulinita e, assim, obtenção do material intercalado, devido adição de KAc.

4.1.1 Cálculo do Índice de Reação

Com os valores obtidos através da Figura 15 e utilizando a Equação (1), foi possível calcular o índice de reação (IR) e utilizando a Equação (2) foi possível calcular a distância basal. Os resultados dispõem-se na Tabela 4.

$$IR = \left(\frac{I_{i(001)}}{I_{K(001)} + I_{i(001)}} \right) \times 100 \quad (1)$$

$$IR = \left(\frac{779_{(001)}}{432_{(001)} + 779_{(001)}} \right) \times 100 \quad (1a)$$

Tabela 4 - Índice de reação e distância lamelar do RC e do RCT intercalada com KAc

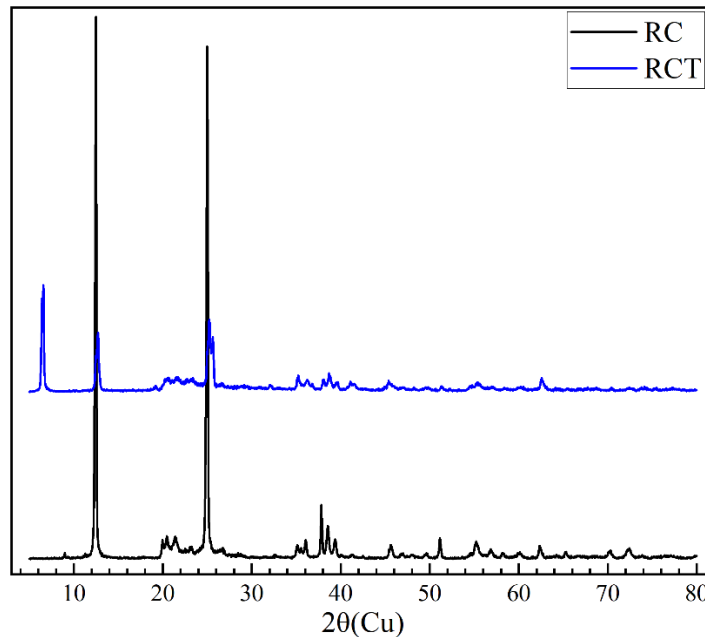
Amostra	Descrição	IR (%)	Distância basal (Å)	Expansão lamelar (Å)
RC	Caulinita <i>in natura</i>	0	7,10	0
RCT	Caulinita + KAc	64,28	13,77	6,67

Fonte: Elaborado pela autora.

A partir do índice de reação encontrado, pode-se dizer que o processo de intercalação foi eficaz e eficiente.

O valor obtido para a distância basal corrobora com os valores descritos na literatura, exemplo de Pires (2018) e Martinello (2014), onde a intercalação do KAc acarreta no aumento da distância basal da caulinita em aproximadamente 14 Å. Na Figura 16 observa-se uma comparação entre os difratogramas obtidos para RC e RCT.

Figura 16 - Comparação entre os difratogramas de RC e RCT



Fonte: Elaborado pela autora.

Dutra *et al* (2016) realizaram o tratamento de caulinita, do estado da Bahia, com acetato de potássio por uma sequência de 3, 6, 14 e 21 dias e com 3 dias à 40 °C. Os valores encontrados

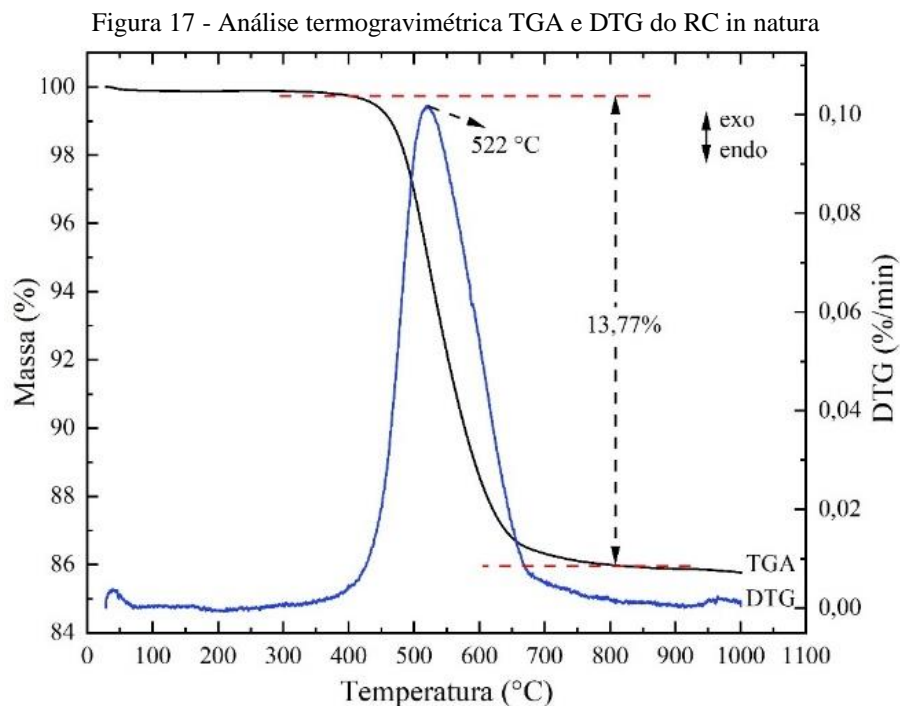
para IR em 3 dias, 3 dias à 40 °C e 21 dias foram 5,22%, 42,23% e 72,24%, respectivamente. Visto que utilizando a metodologia aplicada neste trabalho é possível alcançar um valor de aproximadamente 64% de eficiência no processo de intercalação, o aumento de tempo pode ser um gasto energético e financeiro, em escala industrial.

4.2 Ensaio de Análise Termogravimétrica

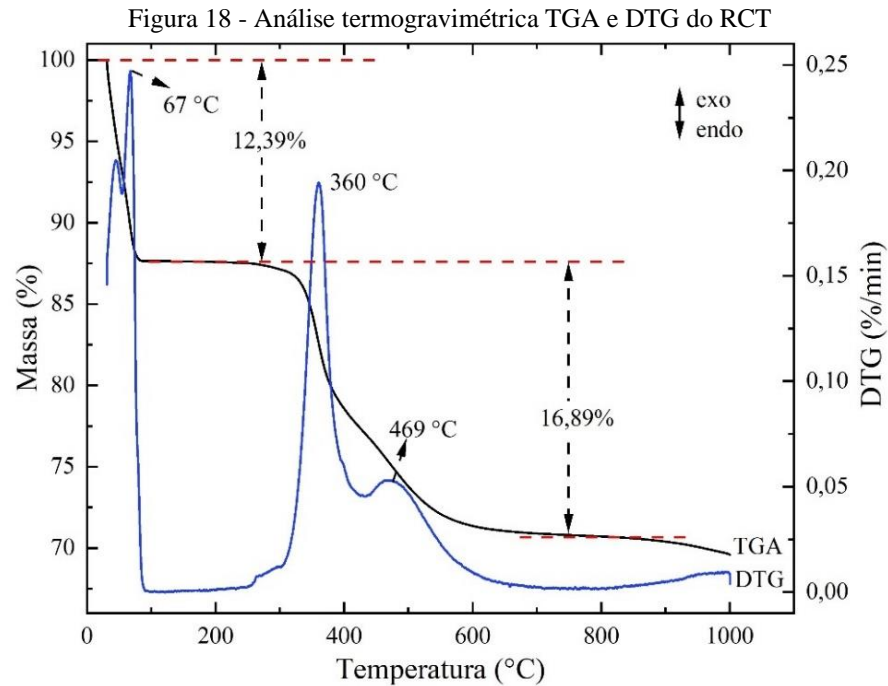
As curvas de TGA e DTG estão diretamente ligadas à massa das amostras que estão sendo analisadas. A TGA revela as características de decomposição do material, enquanto a DTG relaciona os eventos térmicos específicos, como a desidratação.

A Figura 17 apresenta as curvas de TGA e DTG para a amostra de RC *in natura*. Observando tal análise, percebe-se um evento em 522 °C e um evento de perda de massa. Corroborando com Santos *et al* (2013), o pico acontecendo entre a faixa de 430 °C e 650 °C é atribuído e amplamente aceito como a reação de desidroxilação da caulinita.

A desidroxilação da caulinita ocasionou uma perda de massa de 13,77%, próximo ao valor teórico de 13,95%.



A Figura 18 apresenta as curvas de TGA e DTG para a amostra de resíduo de caulim tratado. As análises das curvas de TGA e DTG para a amostra intercalada apresentou três eventos principais.



Primeiramente, em 67 °C encontra-se um pico relacionado à perda de água com 12,39%. O segundo evento é um pico em 360 °C, que se refere à decomposição do acetato de potássio. Observa-se uma mudança na curva entre 300 °C e 400 °C que está ligada com a perda do KAc e da água associada ao processo de intercalação, que se encontram inseridos no espaço interlamelar da caulinita (Martinello, 2014; Cheng *et al*, 2010).

O terceiro evento ocorre em 469 °C e, segundo Pires (2018), está relacionado a desidroxilação da caulina, pois, conforme é observado no difratograma, ainda se encontra caulinita no resíduo tratado. O pico de desidroxilação pode ocorrer em temperaturas mais baixas à medida que a porcentagem de reagente intercalado aumenta. A perda de massa de 16,89% observada no evento possivelmente está relacionado a perda de água estrutural da caulinita.

Segundo Santos (2018), a caracterização térmica do RCT apresenta barreiras relevantes para a ação retardante, ocasionada pela presença de mineral hidratado, onde há possibilidade de a chama sofrer um efeito de diminuição na velocidade de propagação por conta da decomposição da caulinita.

4.3 Ensaios Físicos

A caracterização física dos materiais compósitos foi realizada conforme as normas ASTM D 570, ASTM D 2734 e ASTM D 792. Os resultados de Absorção de Água (AA), Porosidade Aparente (PA) e Massa Específica Aparente (MEA) para os compósitos de resíduo de caulim tratado e resina plena estão apresentados na Tabela 5.

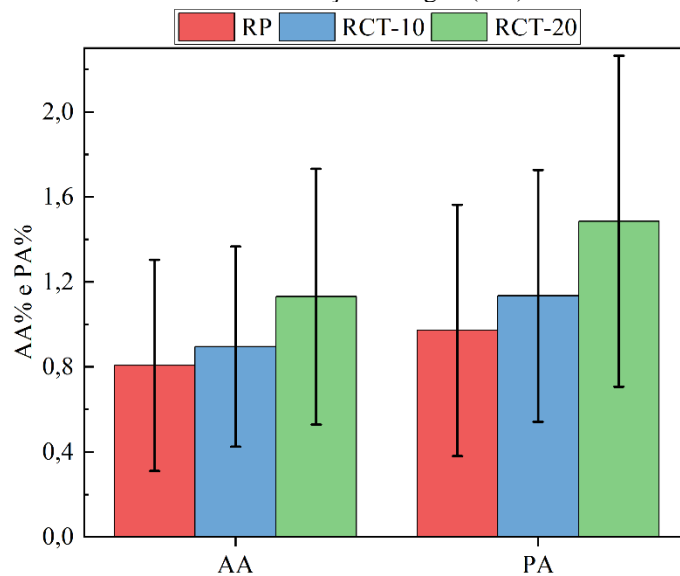
Tabela 5 - Resultados dos ensaios físicos

AMOSTRA	AA (%) (Desvio Padrão)	PA (%) (Desvio Padrão)	MEA (g/cm ³) (Desvio Padrão)
RP	0,8063 (±0,4969)	0,9716 (±0,5913)	1,2093 (±0,0099)
RCT-10	0,8951 (±0,4710)	1,1342 (±0,5925)	1,2698 (±0,0075)
RCT-20	1,1305 (±0,6019)	1,4853 (±0,7788)	1,3189 (±0,0126)

Fonte: Elaborado pela autora.

Através do teste de Duncan, foi observado que não houve variação significativa nos valores. Os corpos de prova, principalmente para RCT-10, obtiveram valores estatisticamente próximos ao valor da resina plena para os ensaios realizados. O aumento dos valores das propriedades AA, PA e MEA, ainda que pequeno, pode ser atribuído a confecção manual das placas, que pode apresentar a possibilidade de formação de defeitos como bolhas, trincas e vazios, além da natureza hidrofílica do resíduo de caulim. Resultados semelhantes também foram encontrados por TAVARES (2021) e MORAES *et al.* (2019) que conduziram a incorporação de resíduo de caulim em uma matriz polimérica, realizando caracterização física do material. Seus resultados indicaram uma tendência de aumento nas propriedades de AA e PA dos materiais compósitos. O gráfico da Figura 19 expõe um comparativo entre os testes de absorção de água e porosidade aparente.

Figura 19 - Resultados dos testes de Absorção de Água (AA) e Porosidade Aparente (PA)



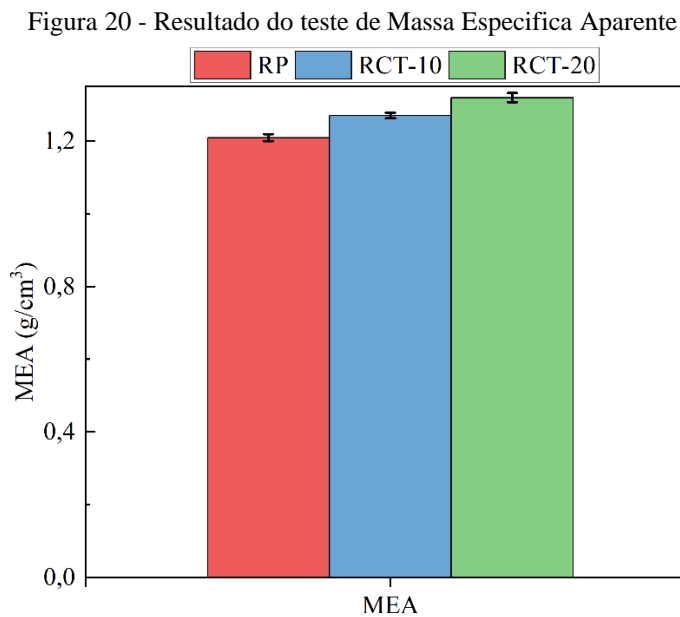
Fonte: Elaborado pela autora.

O RC exibe uma alta afinidade pela água devido ao seu caráter hidrofílico e por conta de possíveis poros na resina, à medida que o compósito incorpora mais carga, pode ocorrer um aumento nos resultados desses testes. O compósito RCT-20 apresentou uma absorção de água

e porosidade aparente mais elevadas em comparação com o compósito RCT-10. Isso sugere que, possivelmente, ocorreu uma melhor dispersão da carga na resina, reduzindo a probabilidade de formação de bolhas e poros neste compósito. Essa efetiva dispersão resultou em uma menor absorção de água e porosidade aparente no material.

De acordo com SOUSA (2022), a absorção de água em materiais compósitos ocorre devido à presença de poros e à interface entre as fases, o que indica maior ou menor compatibilidade entre os componentes.

A Figura 20 exibe um gráfico representando os resultados da massa específica aparente da resina plena e os compósitos. A MEA da resina poliéster utilizada é de aproximadamente $1,15 \text{ g/cm}^3$, conforme indicado na ficha técnica. Enquanto, a MEA do resíduo de caulim utilizado é de $2,42 \text{ g/cm}^3$, determinada por meio da técnica de picnometria.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os resultados indicam um padrão linear de aumento na massa específica aparente em conformidade com o aumento da carga mineral. A relação entre a RP e o compósito RCT-10 demonstra um aumento de $1,2093 \text{ g/cm}^3$ para $1,2698 \text{ g/cm}^3$.

Corroborando com MORAES (2019) que menciona que materiais compósitos com partículas grandes seguem a regra da mistura, na qual cada fase do material contribui para aprimorar suas propriedades, mesmo que as formulações realizadas permitam apenas estimativas aproximadas. Dessa forma, pode-se inferir que o aumento da massa específica aparente é uma consequência do aumento percentual da carga incorporada no compósito, como observado ao comparar com a MEA da resina plena.

4.4 Ensaio de Tração

A Tabela 6 apresenta os resultados do ensaio de tração. O ensaio nos materiais foi conduzido nos compósitos com adição de carga e na resina plena.

Tabela 6 - Resultados do ensaio de tração

AMOSTRA	Limite de Resistência à Tração (MPa)	Alongamento (mm)	Módulo de Elasticidade (GPa)
RP	20,82 ± 2,78	4,81 ± 0,58	0,49 ± 0,07
RCT-10	17,24 ± 2,11	4,06 ± 0,50	0,44 ± 0,06
RCT-20	12,20 ± 1,89	3,68 ± 0,36	0,37 ± 0,09

Fonte: Elaborado pela autora.

Os resultados revelam uma tendência de diminuição no limite de resistência à tração (LRT) dos compósitos à medida que a proporção de carga do resíduo de caulim na matriz polimérica aumenta. Em consonância com o teste de Duncan, que mostrou que os valores encontrados apresentaram diferenças significativas entre si.

Dentre os compósitos, a amostra RCT-10 apresentou um maior LRT. Ratificando Costa (2016), essa redução pode ser atribuída ao fato de que, quando os compósitos são preenchidos por cargas, suas propriedades, principalmente mecânicas, são fortemente influenciadas pela quantidade de carga incorporada. A tendência geral é que a resistência à tração diminua à medida que aumenta a quantidade de carga nos compósitos. Esse fenômeno pode ser resultado da dificuldade de homogeneização e interação na interface matriz/carga.

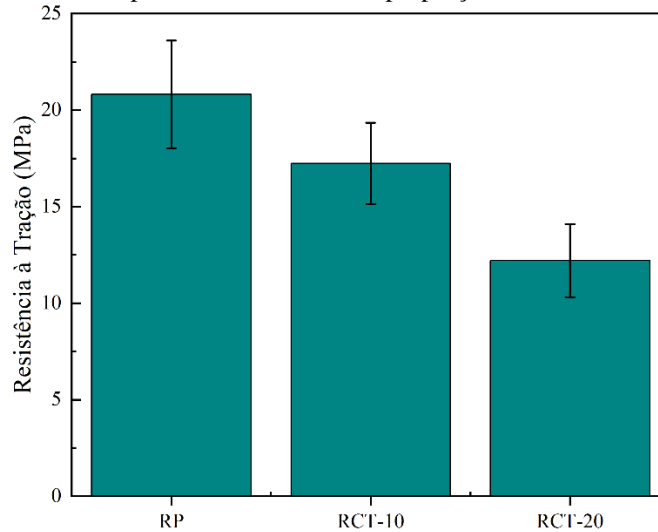
Além disso, o aumento da proporção de caulim está relacionado ao aumento de porosidades, o que prejudica a resistência à tração do material. Como mencionado anteriormente, o aumento da porosidade pode ser atribuído ao processo de fabricação realizado manualmente, aumentando a probabilidade de formação de bolhas e vazios no material.

Quanto ao módulo de elasticidade dos compósitos, os resultados foram estatisticamente semelhantes ao módulo da resina plena. O LRT da amostra RCT-10 apresentou uma gradativa diminuição no valor, ainda que estatisticamente parecido com o valor de RP. O RCT-20 apresentou uma diminuição mais acentuada. Corroborando com Ribeiro (2022), essa redução possivelmente é consequência da aglomeração das partículas de RC, o que dificulta a dispersão no polímero e causa enfraquecimento da adesão dos materiais, assim, gerando possíveis pontos de concentração de tensão na matriz poliéster.

Para o ensaio de tração, o resíduo de caulim tratado atuou como carga de enchimento dentro da matriz polimérica ao invés de reforço efetivo dos compósitos. O gráfico representado

na Figura 21 mostra a comparação do limite de resistência à tração em relação ao percentual de carga.

Figura 21 - Comparativo do LRT e suas proporções de resíduo de caulim



Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 7 compara os resultados mais favoráveis do limite de resistência à tração de compósitos de matriz polimérica com a incorporação de resíduo de caulim. Os autores incorporaram resíduo de caulim em diferentes proporções em uma matriz polimérica, e pode-se observar que até 30% de carga foi alcançado um aumento nas propriedades mecânicas de tração. Acima dessa porcentagem, ocorre saturação do resíduo, que dificulta a homogeneização e interação na interface matriz/carga, resultando consequentemente em uma diminuição da resistência.

Tabela 7 - Comparação entre a literatura do limite de resistência à tração de compósitos poliméricos com resíduo de caulim

Literatura	Fração Mássica	Resistência à Tração (MPa)
Poliéster/RCT-10 Este Trabalho	10%	17,24 ± 2,11
Poliéster/Caulim COSTA, 2016	10%	23,83 ± 1,13
Poliéster/Caulim TAVARES, 2021	10%	21,92 ± 4,58
Poliéster/Caulim RIBEIRO, 2022	5%	20,48 ± 1,53
Poliéster/Caulim Flint BARBOSA, 2018	30%	27,77 ± 4,39
Poliéster/Caulim MORAES, 2019	25%	21,16 ± 3,35

Fonte: Elaborado pela autora.

No trabalho de COSTA (2016) e RIBEIRO (2022), assim como neste estudo, foi observado que os valores de resistência à tração dos compósitos com resíduo de caulim não ultrapassaram os valores da matriz plena. Da mesma forma, essa observação se estende aos valores de módulo de elasticidade e alongamento. Segundo Ribeiro (2022), essa redução pode ser justificada pela possível aglomeração das partículas de resíduo de caulim, que não se dispersam de maneira eficaz no polímero, resultando no enfraquecimento da adesão matriz/reforço. Além disso, a fraca interação química e a presença de pontos irregulares nas partículas podem criar pontos de descontinuidades e concentrações de tensões na matriz, contribuindo para a redução das propriedades mecânicas.

4.5 Ensaio de Flamabilidade

Matrizes poliméricas não são recomendadas para aplicações em meios de grande probabilidade de ocorrência de incêndios, devido apresentarem menores resistência a chamas. A resina poliéster utilizada na produção dos compósitos deste trabalhos mostrou uma média adequada para o limite exigido de 40 mm/min da norma ASTM D 635. A Tabela 8 exhibe os resultados obtidos no ensaio de flamabilidade.

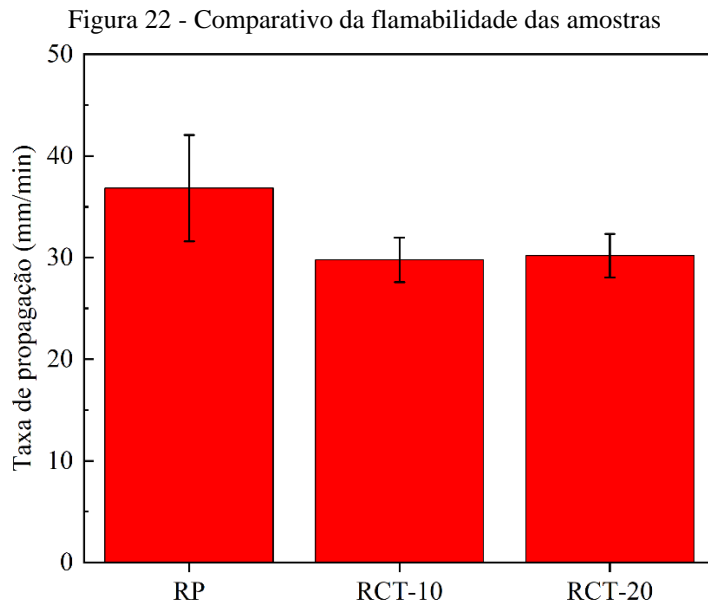
Tabela 8 - Resultados do teste de resistência à chama

Amostras	Taxa de Propagação (mm/min)
RP	36,83 ± 5,23
RCT-10	29,77 ± 2,18
RCT-20	30,18 ± 2,14

Fonte: Elaborado pela autora.

Com a adição de RCT na matriz, observa-se que os resultados revelaram que a inserção foi satisfatória nas duas proporções em comparação à RP. A amostra RCT-10 obteve uma média menor na taxa de propagação, que pode ser atribuída ao resíduo de caulim tratado inserido na resina poliéster. Além da inserção de resíduo diminuir a quantidade de resina empregada no compósito, o RCT é constituído majoritariamente por caulinita, que é um mineral hidratado e assim, corroborando com Santos (2018), é possível de tornar-se um agente resistente à chama.

A partir dos resultados obtidos no ensaio de flamabilidade e na análise termogravimétrica, pode-se relacionar que, o comportamento de resistência à chama do RCT se dá pela expansão da caulinita alcançada no processo de intercalação. A Figura 22 exhibe o gráfico comparativo entre as diferentes composições produzidas e suas taxas de queima.



Fonte: Elaborado pela autora.

Todos os corpos de prova submetidos aos ensaios resultaram em queima completa, e com base nos resultados obtidos, é possível concluir que tanto a RP quanto os compósitos com resíduo de caulim foram classificados como HB (*horizontal burning* – queima horizontal), pois as amostras seguiram os requisitos solicitados da norma para esta classificação, como possuir uma taxa de propagação de chama inferior a 40 mm/min.

O Conselho Nacional de Trânsito (CONTRAN), por meio da Resolução nº 498, datada em 29 de julho de 2014, estabeleceu que os materiais utilizados nos revestimentos internos de veículos não devem apresentar uma velocidade de propagação de chama superior a 100 mm/min. A Tabela 9 apresenta os parâmetros exigidos pela norma ASTM D 635, pelo CONTRAN e os resultados obtidos.

Tabela 9 - Comparativo entre parâmetro exigidos e resultados obtidos

Normas/Composição	Taxa de Propagação (mm/min)
CONTRAN 498	100
ASTM D 635	40
RCT-10	29,77
RCT-20	30,18

Fonte: Elaborado pela autora.

Observando os dados na Tabela 9, os compósitos RCT-10 e RCT-20 apresentaram resultados dentro dos limites das normas. Em relação ao CONTRAN, a taxa de propagação de

chama obteve uma redução de 70,23% e 69,82%, respectivamente, para RCT-10 e RCT-20. Em relação a norma ASTM D 635, observou-se uma diminuição de 25,58% e 24,55% nas taxas de propagação de chama para os compósitos RCT-10 e RCT-20, respectivamente.

Tavares (2021) analisou o comportamento quanto à resistência à chama de compósitos com resíduo de caulim e, mesmo apresentando um valor dentro dos parâmetros exigidos pelas normas ASTM D 635 e CONTRAN, o resultado da taxa de propagação para o compósito de 10% de resíduo foi 5,53% acima do valor da resina plena, ou seja, para esta finalidade, pode-se dizer que o resíduo de caulim utilizado não funcionou como um retardante de chamas. Enquanto neste trabalho se obteve uma redução na taxa de propagação de 19,16% e, corroborando com a análise térmica, o resíduo de caulim tratado foi um agente retardante de chamas.

5 CONCLUSÃO

Ficou evidenciado que o processo de intercalação do KAc foi eficaz, e se mostrou eficiente perante o índice de reação calculado em 64,28%, corroborado pelos ensaios de difração de raios X, onde o pico principal da caulinita apresentou um deslocamento de $12,45^\circ$ para $6,41^\circ$ em 2θ , e também pela análise termogravimétrica verificando-se uma banda endotérmica caracterizando a intercalação.

As placas retangulares produzidas apresentaram-se livres de defeitos superficiais e uma eficiente dispersão das partículas, tornando o método *hand lay-up* viável e satisfatória.

A influência da incorporação do resíduo de caulim tratado nas propriedades físicas quando comparada às propriedades da resina plena, demonstrou resultados estatisticamente satisfatórios, conforme verificado pela ANOVA e teste de Duncan, especialmente no que se refere à inclusão de 10% de carga. Observou-se um aumento progressivo nos valores de AA, PA e MEA nos compósitos, a medida em que a proporção de RCT aumenta na matriz.

No ensaio de tração, observou-se que a interação matriz/carga não obteve tanta eficiência devido a formação de possíveis de poros. O compósito RCT-10 obteve um valor estatisticamente próximo ao valor de RP, atingindo um limite de resistência à tração de 17,24 MPa, ao passo que RCT-20 registrou uma diminuição mais acentuada, com um limite de resistência à tração de 12,20 MPa. E conforme ANOVA e teste de Duncan, os valores apresentaram diferença entre si.

No ensaio de flamabilidade, os compósitos apresentaram resultados satisfatórios, pois os valores se encontraram abaixo do valor limite exigido pela norma ASTM D 635, sendo assim classificados como HB (*horizontal burning*). RCT-10 obteve 25,55% e RCT-20 obteve 24,52%. Em relação a RP, RCT-10 e RCT-20 apresentaram variações significativas em 19,16% e 18,05%, respectivamente. Pode-se dizer que resíduo de caulim tratado foi um agente resistente à chama.

Com isso, é visto que há possibilidade de tornar-se um material de baixo custo e abundante, considerado rejeito, em um produto de valor agregado. A incorporação de resíduo de caulim tratado em matriz polimérica acarreta em um material compósito com boas propriedades, isso é benéfico do ponto de vista ambiental e possivelmente econômico também.

5.1 Sugestão de Trabalho Futuro

- Realizar a organofilização do rejeito de caulim tratado quimicamente com o acetato de potássio escolhendo um determinado componente orgânico, afim de melhorar a interação resina/carga.

- Realizar a automatização no processo de mistura dos componentes na produção das placas de compósito.
- Realizar a produção de placas de compósitos com 5% de carga.
- Realizar estudo econômico da produção dos compósitos.

REFERÊNCIAS

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO. **Economia Mineral do Brasil**. Brasília, DF: 2023.

ALBERS, A. P. F.; MELCHIADES, F. G.; MACHADO, R.; BALDO, J. B.; BOSCHI, A. O. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. **Cerâmica**, v. 48, n. 305, p. 34–37, jan. 2002.

ASTM D 570 – Standard Test Method for Water Absorption of Plastics. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 1998.

ASTM D 635 – “Standard Test Method for Rate of Burnin or Extent and Time of Burning of Plastics in a Horizontal Position”. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2018.

ASTM D 792 – Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Plastics by Displacement. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2008.

ASTM D 2734 – Standard Test Methods for Void Content of Reinforced Plastics. Annual Book of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, 2009.

ASTM D 3039 – American Society for Testing and Materials. Standard Test Method for Tensile Properties of Polymer Matrix Composite Materials. Philadelphia, 2017

ANADÃO, P.; HILDEBRANDO, E. A.; PAJOLLI, I. L. R.; OLIVEIRA PEREIRA, K. R.; WIEBECK, H.; VALENZUELA-DIAZ, F. R. Montmorillonite/carbon nanocomposites prepared from sucrose for catalytic applications. **Appl. Clay. Sci.** 53 (2011) 288-296.

ASKELAND, D. R.; WRIGH, W. J. **Ciência e engenharia dos materiais**. 3ª ed. São Paulo: Cengage Learning, 2014.

BARATA, M. S.; ANGÉLICA, R. S. Caracterização dos resíduos caulíníticos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia como matéria-prima para produção de pozolanas de alta reatividade. **Cerâmica**, v. 58, n. 345, p. 36–42, jan. 2012.

BARATA, M. S.; DAL MOLIN, D. C. C. Avaliação preliminar do resíduo caulínítico das indústrias de beneficiamento de caulim como matéria-prima na produção de uma metacaulinita altamente reativa. **Ambiente Construído**, [S. l.], v. 2, n. 1, p. 69–78, 2008. Disponível em: <https://seer.ufrgs.br/index.php/ambienteconstruido/article/view/3412>

BARBOSA, K. L. S. **Incorporação de fibras curtas de bambu (*Bambusa vulgaris*) e resíduo industrial de caulim em compósitos de matriz polimérica: resistência à tração e fractografia**. 2018. 72 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Ciência e Tecnologia) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2018. Disponível em: <http://bdm.ufpa.br/jspui/handle/prefix/424>

BARCELLOS, I. O.; SOUZA, A. C. DE.; SELKE, A. E. Incorporação de lodo industrial em compósitos de resina poliéster. **Polímeros**, v. 19, n. 2, p. 155–159, abr. 2009.

BOTELHO, K. T. **Síntese de argilas organofílicas e sua incorporação em Polimerização in situ para obtenção de nanocompósitos antichamas de poliestireno**. 81 p. Dissertação de Mestrado – Faculdade de Engenharia Mecânica, Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 2006.

BRITO, C. E. C. **Síntese e caracterização de argilominerais micáceos a partir de rejeito do processamento do caulim**. Orientador: Edemarino Araújo Hildebrando. 2019. 70 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019. Disponível em: <https://bdm.ufpa.br/jspui/handle/prefix/2662>.

CALLISTER. J. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 10ed. Rio de Janeiro. Livros Técnicos e Científicos. 2021.

CANEVAROLO Jr, Sebastião V. **Ciência dos Polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 3. ed. São Paulo: Artliber, 2010.

CHENG, H; LIU, Q; YANG, J; ZHANG, Q; FROST, R. L. Thermal behavior and decomposition of kaolinite–potassium acetate intercalation composite. **Thermochimica Acta**. v. 503-504, p. 16-20, 2010.

CHENG, H.; LIU, Q.; CUI, X.; ZHANG, Q.; FROST, R. L. Mechanism of dehydroxylation temperature decrease and high temperature phase transition of coal bearing strata kaolinite intercalated by potassium acetate. **Journal of Colloid and Interface Science**. V. 376, p. 47-56, 2012.

CONSELHO NACIONAL DE TRÂNSITO (CONTRAN). Resolução n°. 498 - "**Requisitos aplicáveis aos materiais de revestimento interno do habitáculo de veículos nacionais ou importados**"., Código de Trânsito Brasileiro – CTB, 29 de julho de 2014

COSTA, D. S. **Estudo da influência de resíduos gerados pela indústria de mineração nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras naturais**. 2016. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais - PRODERNA), Universidade Federal do Pará, Belém, 2016.

COSTA JUNIOR, L. P. **Efeito da argila organofílica e palha de milho nas propriedades de compósitos híbridos de poli (butileno adipato-co-tereftalato) (PBAT)**. 2023. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - Centro de Ciências Exatas e da Natureza, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2023.

COSTA, T. C. de C. **Obtenção e caracterização de nanopartículas de argilominerais**. 2009. 71 f. Dissertação (Mestrado em Processamento de Materiais a partir do Pó; Polímeros e Compósitos; Processamento de Materiais a part) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2009. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/jspui/handle/123456789/12678>

DANTAS, I. de M. **Estudo de um forno solar tipo caixa fabricado em material compósito de matriz de resina poliéster e resíduos de caulim**. 2017. 85f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2017. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/jspui/handle/123456789/24838>

DUTRA, L.; SILVA, A. L. N.; NASCIMENTO, C. R.; BERTOLINO, L. C. Tratamento de caulinita para intercalação com polímeros: produção de nanocompósito. *In: SIMPÓSIO DE MINERAIS INDUSTRIAIS DO NORDESTE*, 4, João Pessoa. Anais... João Pessoa: CETEM/MCTI, 2016. Disponível em:

<https://www.cetem.gov.br/antigo/images/congressos/2016/ORAL24.pdf>.

FALCÃO, G. F. Modificação química do caulim pelo método de intercalação. *In: Jornada de Iniciação Científica*, 12, Rio de Janeiro. Anais... Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2004. Disponível em: <http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/790>

GIORDANO, V. M.; NEGRÃO JUNIOR, A. S. C.; OLIVEIRA, A. B. S.; FUJIYAMA, R. T. DESENVOLVIMENTO DE PESQUISA COM MATERIAIS SUSTENTÁVEIS PELO LABORATÓRIO DE MATERIAIS COMPÓSITOS DA FEM/UFPA. **L COBENGE**, 26 set. 2022. DOI 10.37702/COBENGE.2022.3940

GIBSON, R. F. **Principles of material mechanics**. McGraw-Hill, [s. 1], 2016

GOMES, L. V. **RESÍDUOS DE MINÉRIO DE COBRE E MADEIRA (Erisma uncinatum) EM COMPÓSITOS POLIMÉRICOS: Caracterizações Físicas, Mecânica e Flamabilidade**. 2023. 61f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2023.

GRIM, R. E. **Clay Mineralogy**. 2 ed. New York: McGraw Hill, 1968.

HILDEBRANDO, E. A.; SOUZA, J. A. S.; ANGÉLICA, R. S.; NEVES, R. F.; VALENZUELA-DIAZ, F. R. Síntese de zeólita do tipo faujasita a partir de um rejeito de caulim. **Cerâmica** 58 (2012) 453-458.

HILDEBRANDO, E. A.; SILVA-VALENZUELA, M. G.; NEVES, R. F.; VALENZUELA-DIAZ, F. R. Síntese e caracterização de argila esmectita Zn-estevensita. **Cerâmica** 60 (2014) 273-278.

IMERYS BRASIL. **Minas de extração de caulim**. Disponível em: <https://www.imerys.com/pt-br/brasil>. Acesso em: 15 jan. 2014.

KRÓL-MORKISZ, K.; PIELICHOWSKA, K. Thermal Decomposition of Polymer Nanocomposites With Functionalized Nanoparticles. *In: Polymer Composites with Functionalized Nanoparticles*, p. 405-435, 2019.

LAGALY, G. Clay-organic interactions. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London**. Series A, Mathematical and Physical Sciences, v. 311, p. 311-332, 1984.

LEMO, M. A. Q.; PIMENTEL, M. A. S. Mineração e desastres ambientais com rejeitos de bauxita e caulim no município de Barcarena-Pará-Brasil-Amazônia. **Revista Territorium**, n. 28 (I), p. 137-156, 2021.

LEVY NETO, F.; PARDINI, L.C. **Compósitos Estruturais: Ciência e Tecnologia**. São Paulo: Edgard Blucher, 2016.

MARTINELLO, P. **Obtenção de caulinita intercalada com acetato de potássio via processos mecanoquímicos e imersão em solução**. 2014. 56 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Processos Químicos e Bioquímicos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, 2014.

MAKÓ, E.; RUTKAI, G.; KRISTOF, T. Simulation-assisted evidence for the existence of two stable kaolinite/potassium acetate intercalate complexes. **Journal of Colloid and Interface Science**. v. 349, p.442–445, 2010.

MEDEIROS, A. R. S. de; NETO, S. R. de F.; FERREIRA, D. D. de A.; ROMERO, M. J. A.; GONZAGA, L. M. Análise granulométrica e DRX para caracterização do rejeito de caulim da região do Seridó da Paraíba visando uma nova rota de beneficiamento / Particle-size analysis and XRD characterization of kaolin reject from the Paraíba Seridó region aiming to a new beneficiation route. **Brazilian Journal of Development**, [S. l.], v. 6, n. 6, p. 33575–33588, 2020. DOI: 10.34117/bjdv6n6-058.

MONTE, M. B. M. **Técnicas alternativas para a modificação de caulim**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2003. 50 p. Série Rochas e Minerais Industriais. 2003.

MORAES, M. H. M. **Caracterização mecânica de compósitos de matriz polimérica com adição de resíduos sólidos industriais**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Pará, Belém, 2019.

MOURA, M.F.S.F.; MORAIS, A.B.; MAGALHÃES, A.G. **Materiais compósitos – Materiais, Fabrico e Comportamento Mecânico**. Publindústria, 2011.

NUNES, C. P. **Materiais compósitos de matriz polimérica na indústria aeronáutica e perspectiva crítica de potencialidade: polímeros com memória de forma**. Orientador: Juliano Marini. 2023. 51 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharel em Engenharia de Materiais) – Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2023. Disponível em: <https://repositorio.ufscar.br/handle/ufscar/18185>

OLIVEIRA, S. P. de. **Adsorção do corante azul de metileno em caulinita natural e intercalada com acetato de potássio provenientes da região de Bom Jardim de Goiás – GO**. 2012. 62 f. Dissertação (Mestrado em Geociências) – Universidade Federal de Mato Grosso, Instituto de Ciências Exatas e da Terra, Cuiabá, 2012.

PANDA, A. K. et al. Effect of sulphuric acid treatment on the physico-chemical characteristics of kaolin clay. **Colloids and Surfaces A: Physicochemistry Engineering Aspects**, Amsterdam, v. 363, n. 1, p. 98-104, 2010.

PIRES, J. C. O. **Ativação ácida da caulinita in natura e intercalação de potássio**. 2018. 41 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco, 2018.

RIBEIRO, M. M. **Estudo da incorporação de resíduos industriais, lama vermelha e caulim, nas propriedades de compósitos de matriz poliéster reforçados com fibras de juta e malva**. 2022. 174 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia) - Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2022. Disponível em: <http://repositorio.ufpa.br:8080/jspui/handle/2011/14612>

SALES, P. F. de. **Estudo dos tratamentos químico e térmico na caulinita e a influência na remoção de contaminantes em efluentes de mineração**. 2011. 110 p. Dissertação (Mestrado em Agroquímica) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2011.

SANTOS, E. A. **Avaliação mecânica e microestrutural de compósitos de poliéster com adição de cargas minerais e resíduos industriais**. 2007. 103 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Materiais; Projetos Mecânicos; Termociências) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007. Disponível em:
<https://repositorio.ufrn.br/jspui/handle/123456789/15731>

SANTOS, L. G. S. **COMPORTAMENTO DO REJEITO GIBSSÍTICO-CAULINÍTICO-GOETHÍTICO COMO RETARDANTE DE CHAMAS EM COMPÓSITOS DE MATRIZES DE POLIÉSTER ISOFTÁLICO**. 2018. 91 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2018.

SANTOS, S. C. A.; TORRES, P. W. T. S.; MERCURY, J. M. R.; ANGÉLICA, R. S.; NEVES, R. F. Estudo cinético do processo de desidroxilação da caulinita. *In: 57 Congresso Brasileiro de Cerâmica & 5 Congresso Ibero-Americano de Cerâmica*, 2013, Natal - RN. 57 Congresso Brasileiro de Cerâmica & 5 Congresso Ibero-Americano de Cerâmica, 2013.

SEHWARTZ, R. L. C.; CRUZ, D. C. P.; ALMEIDA, F. A.; SANTOS, P. H. C.; PINHEIRO, D. R.; COSTA, M. L.; NEVES, R. F.; MARTELLI, M. C. Síntese, Caracterização e Estudo de Equilíbrio de Adsorção de Caulinita Intercalada com Acetato de Potássio para Remoção de Corante Azul de Metileno. *In: Engenharia de Produtos Naturais: Planejamento, Experimentação, Obtenção de Produtos e Purificação*. 1. ed. [S. l.]: Editora Científica Digital, 2021. v. 1, cap. 19, p. 279-296. ISBN 978-65-5360-026-3.

SERRÃO, F. T. de J. **Estudo visando a aplicação de caulim duro como matéria-prima para obtenção de micas sintéticas**. Orientador: Edemarino Araújo Hildebrando. 2019. 72 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019. Disponível em: <https://bdm.ufpa.br/jspui/handle/prefix/2664>

SILVA, L. S.; PICANÇO, M. S. Análise investigativa sobre o uso de resíduo de caulim para a produção de compósitos cimentícios. **Revista Caribeña de Ciências Sociales**, Miami, v. 12, n. 3, p. 1397-1426, ago, 2023. DOI: <https://doi.org/10.55905/rcssv12n3-023>.

SOUSA, A. P. S. de. **Influência dos resíduos do beneficiamento de caulim e cobre nas propriedades físicas, mecânica de impacto e flamabilidade dos compósitos de matriz poliéster isoftálica**. 2022. 67 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2022. Disponível em: <https://bdm.ufpa.br:8443/jspui/handle/prefix/4161>

SOUZA SANTOS, P. **Ciência e Tecnologia de Argilas**, 2a Ed., vol.1, Edgar Blucher, São Paulo, SP (1989) 66.

SUMÁRIO MINERAL. Brasília: **DNPM - Departamento Nacional da Produção Mineral**, v. 34, 2014. 152 p.

TAVARES, J. F. de S. **Estudo da incorporação de resíduo industrial de caulim em compósitos de matriz polimérica**. Orientador: Edemarino Araújo Hildebrando. 2021. 63 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Campus Universitário de Ananindeua, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2021. Disponível em: <https://bdm.ufpa.br:8443/jspui/handle/prefix/3285>

WILSON, I. R., SANTOS, H. S., SANTOS, P. S. Caulins brasileiros: alguns aspectos da geologia e da mineralogia. **Cerâmica**, v. 44, nº 287-288, pp. 118-129. 1998.

ZHOU, C. H. Emerging trends and challenges in synthetic clay-based materials and layered double hydroxides. **Appl. Clay Sci.** 48 (2010) 1-4.